N° d'ordre :

THÈSE

présentée

A L'UNIVERSITÉ SCIENTIFIQUE ET MÉDICALE DE GRENOBLE

pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR D'UNIVERSITÉ

PAR

André GABRIEL

SUJET

Compteur proportionnel à localisation

Soutenue le 12 Juin 1973, devant la Commission d'Examen

JURY

MM. J. YOCCOZ	*Président*
A. GUINIER J. GILLESPIE Y. DUPONT J.-M. LOISEAUX	*Examinateurs*

N° d'ordre :

THÈSE

présentée

A L'UNIVERSITÉ SCIENTIFIQUE ET MÉDICALE DE GRENOBLE

pour obtenir

LE GRADE DE DOCTEUR D'UNIVERSITÉ

PAR

André GABRIEL

SUJET

Compteur proportionnel à localisation

Soutenue le 12 Juin 1973, devant la Commission d'Examen

JURY

MM. J. YOCCOZ	*Président*
A. GUINIER J. GILLESPIE Y. DUPONT J.-M. LOISEAUX	*Examinateurs*

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

TABLE DES MATIERES

Résumé..... I
Introduction..... III

CHAPITRE 1

Principe d'un compteur proportionnel..... 1
Caractéristiques générales d'un compteur proportionnel..... 4

CHAPITRE 2

Principe de fonctionnement du compteur proportionnel à localisation. 10
Fonctionnement du système électronique..... 13
- Détecteur..... 13
- Préamplificateur..... 15
- Amplificateur..... 17
- Détecteur de passage à zéro..... 24
- Circuit à retard..... 27
- Convertisseur temps-amplitude..... 27
- Alimentation haute tension..... 28
Prélèvement de l'information en énergie..... 30
- Préamplificateur de charge..... 30
- Amplificateur..... 30
- Discriminateur d'amplitude..... 30
- Circuit à retard..... 31
- Traitement de l'information..... 31
Réalisation et test..... 33
- Paramètres géométriques..... 33
- Paramètres physiques..... 33
- Réglage du système de localisation..... 36

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41534927_0029

CHAPITRE 3

Applications aux mesures de diffusion et de diffraction des rayons X..... 38

CHAPITRE 4

Application à la diffusion des neutrons thermiques..... 50

- Réalisation et tests... 50

CHAPITRE 5

Application à la physique des particules..... 54

- Fluctuation de la perte d'énergie moyenne..... 54
- Résolution spatiale en fonction de l'angle d'incidence θ des particules..... 56

Application..... 58

- Caractéristiques physiques du détecteur..... 58

Conclusion..... 70

Références..... 71

R E S U M E

Dans ces détecteurs le mécanisme de la détection des particules est le même que dans les compteurs proportionnels classiques. L'originalité réside dans le principe de la mesure de position (I). Ce détecteur est constitué par un fil très résistant de très faible diamètre (8 KΩ/mm, 25 µm) placé entre deux plans (cathode) portés à un potentiel négatif. La forte résistance du fil et la capacité qu'il forme avec la cathode constituent une ligne à constante RC répartie. L'information spatiale est obtenue en effectuant la comparaison des temps de montée des impulsions recueillies à chaque extrémité du fil résistant. Ces impulsions sont traitées par deux voies d'analyse symétriques composées de circuits délivrant des impulsions bipolaires dont l'instant de passage à zéro contient l'information recherchée. Nous les comparons ensuite temporellement par un convertisseur temps amplitude délivrant une impulsion dont l'amplitude est proportionnelle aux écarts des instants de passage à zéro. Nous obtenons donc un signal dont l'amplitude contient l'abscisse de l'évènement ionisant. Soulignons que ce compteur proportionnel permet aussi de mesurer la perte d'énergie de la particule ionisante, avec une précision de l'ordre de I5 à 20 %.

Les résolutions spatiales que nous avons mesurées sont de 0,2 mm pour des compteurs de 60 mm de longueur et de 0,5 mm pour des compteurs de 500 mm de longueur.

Nous avons adapté ce système de détection à la diffusion centrale et à la diffraction des rayons X pour l'étude de matériaux Biologiques et la mesure des variations des paramètres cristallins sous contrainte.

Des expériences ont été faites pour la détection et la localisation de particules chargées auprès du cyclotron de Grenoble, auprès du spectromètre Besançon à l'I.P.N. d'Orsay, ainsi qu'auprès du cyclosynchroton (SC) du C.E.R.N. à Genève.

Ce détecteur a également été adapté pour la localisation de neutrons, auprès du réacteur à haut flux de l'Institut Laue-Langevin de Grenoble, où des expériences de diffusion de neutrons ont été réalisées.

I N T R O D U C T I O N

La localisation spatiale de particules ionisantes est un problème qui concerne un large domaine expérimental.

Soit que l'information recherchée se traduise directement par une distribution angulaire d'évènements ionisants (cas de la diffusion ou de la diffraction des rayons X, ou des neutrons); soit que l'analyse en énergie de ces évènements utilise des systèmes dispersifs (cas des spectromètres magnétiques pour les particules chargées ou des monochromateurs pour les rayons X).

Le dispositif expérimental que nous proposons peut satisfaire à ces deux cas, puisqu'il s'agit toujours de localiser dans l'espace des évènements ionisants.

Divers systèmes de détection existent ; différents, parfois complémentaires :

Scintillateurs, compteurs proportionnels, semiconducteurs, films.

Chacun d'eux présentent des caractéristiques spécifiques que nous allons rapidement étudier.

Les scintillateurs sont très intéressants pour leur fort taux de comptage et leur bonne efficacité aux photons, leur résolution en énergie est de 40 % et leur résolution spatiale est définie par la géométrie du scintillateur.

Les compteurs proportionnels ont une résolution en énergie de 15 à 20 %, une résolution spatiale définie par la fenêtre d'entrée, une

efficacité aux photons d'environ 60 %, (pour des longueurs d'ondes de I,5 A) avec du Xénon comme gaz de remplissage, leur taux de comptage est de l'ordre de $I0^5$ coups/s.

Les détecteurs semiconducteurs sont très connus pour leur résolution en énergie : I % (200 ev). Les détecteurs semiconducteurs à localisation présentent une résolution spatiale de 0,5 mm. L'efficacité aux photons pour les détecteurs Silicium de 3 mm d'épaisseur va de 2,5 Kev à 30 Kev, alors que pour un détecteur Germanium de 5 mm elle va de 2,5 Kev à I25 Kev. Les taux de comptage sont de quelques $I0^4$ coups/s. Soulignons la difficulté de mise en oeuvre.

Les films ont pour seule qualité leur résolution spatiale qui est excellente, mais les temps d'exposition qu'ils exigent, interdisent certains types d'expériences (cinétiques).

Toutes les valeurs que nous venons d'indiquer sont des valeurs moyennes.

Le détecteur à localisation que nous allons étudier dans les chapîtres suivants, présente une synthèse des divers caractéristiques des systèmes que nous venons de voir. L'élément essentiel est sa résolution spatiale qui est inférieure à 0,2 mm, sa résolution en énergie est de I5 à I8 %, son taux de comptage a été testé à $3.I0^5$ coups/s. Ajoutons que sa mise en oeuvre est extrèmement simple.

C H A P I T R E I

PRINCIPE D'UN COMPTEUR PROPORTIONNEL.

Généralement un compteur proportionnel est constitué par une enceinte contenant un mélange gazeux, entourant un fil métallique de très faible diamètre. L'enceinte constitue habituellement la cathode du détecteur, une fenêtre d'entrée des particules y est aménagée. Le fil central constitue l'anode. Une différence de potentiel élevé est appliquée entre les deux électrodes permettant la collection des charges libérées lors du passage d'une particule ionisant le mélange gazeux.

Les processus d'ionisation des atomes libérant un nombre de charges faibles, il convient de réaliser un système permettant une amplification du phénomène d'ionisation, pour que le signal électrique finalement recueilli ait une amplitude suffisante pour être traité électroniquement sans trop de difficulté.

Une distribution adéquate du potentiel au sein du détecteur va nous permettre de résoudre ce problème.

En effet, si l'électrode externe définit par sa géométrie, qui n'est pas obligatoirement cylindrique, la forme des équipotentielles dans son voisinage; près du fil central ces équipotentielles sont circulaires (si le fil est très fin par rapport aux dimensions de la cathode). Dans tous les cas nous sommes ramenés au voisinage du fil à un compteur proportionnel à géométrie cylindrique, offrant près du fil un champ électrique extrèmement intense. Ainsi à une distance du fil définie comme le rayon critique et sensiblement égal au diamètre du fil, le champ électrique atteint une valeur suffisament importante pour que tout électron résultant d'une ionisation

plus ou moins proche pénétrant dans cette région provoque à son tour l'ionisation d'un grand nombre d'atomes. Nous avons à faire à un phénomène d'avalanche. Cette avalanche définit le coefficient d'amplification recherché et la charge électrique recueillie Q à pour expression :

$$Q = N A e$$

N : nombre d'électron créé par la particule ionisante.

A : coefficient d'amplification.

e : charge de l'électron.

L'expression mathématique du coefficient d'amplification est assez complexe et son développement sort du cadre de ce préambule. (2)

Signalons cependant la relation entre A (coefficient d'amplification) et V (différence de potentiel anode cathode). Elle est de la forme :

$$A \sim \exp K V^{3/2}$$

La fig.I relevée sur un compteur proportionnel classique verifie bien cette relation.

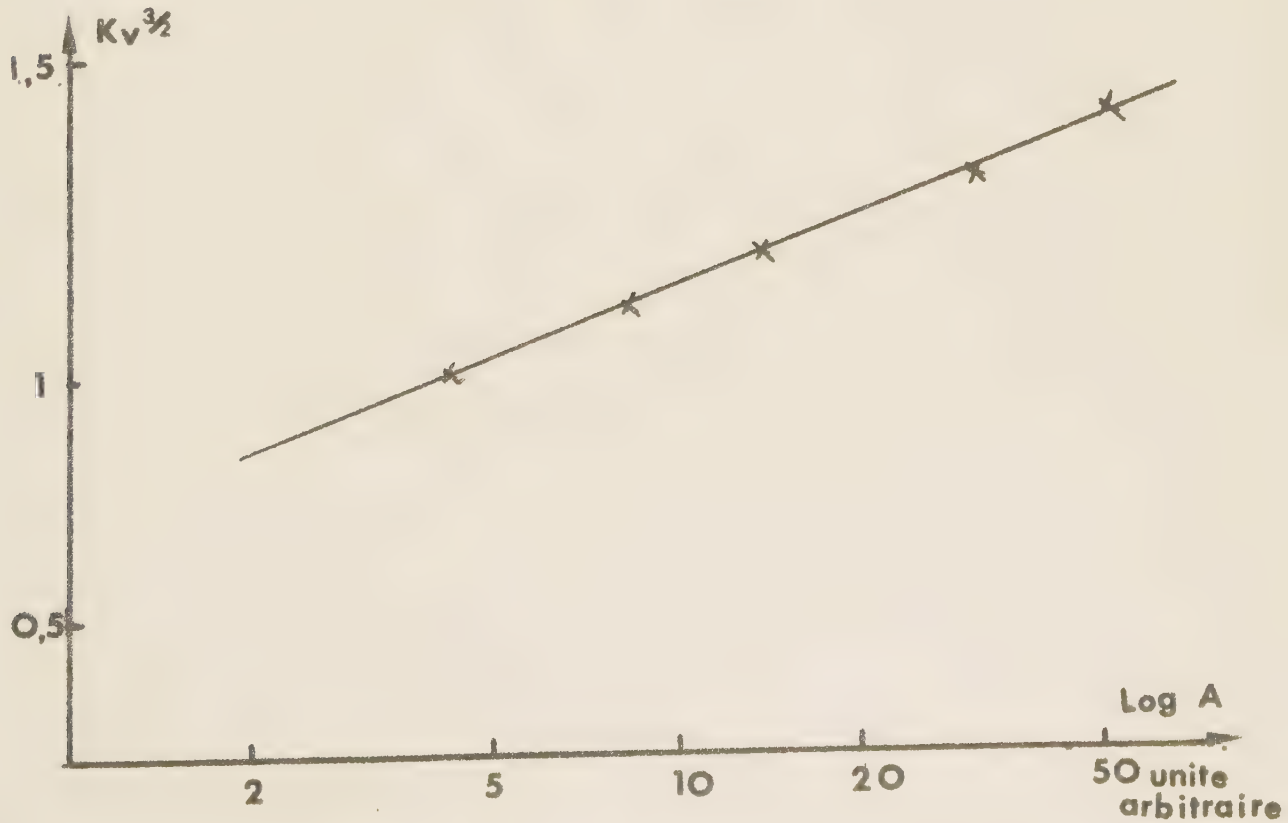


FIG. 1

Un autre paramètre important pour le fonctionnement d'un compteur proportionnel est le choix du mélange gazeux remplissant l'enceinte. Si théoriquement tous les gaz peuvent satisfaire aux exigences des compteurs proportionnels, nous aboutissons le plus souvent à un mélange plus ou moins complexe. Nous savons que les phénomènes d'ionisation font intervenir les niveaux électroniques des molécules, mais une étude analytique de ces phénomènes est extrèmement difficile. Une étude systématique et pratique des mélanges gazeux s'impose en fonction du but recherché.

Lors des processus évolutifs que subit un atome ionisé, il y a émission de photons dans l'ultra violet. Ces photons peuvent à leur tour ioniser et provoquer ainsi une décharge autonome du compteur, l'adjonction d'une vapeur ou d'un gaz polyatomique présentant un spectre d'absorbtion diffus dans l'ultra violet sans réémission, permet d'éviter ce phénomène. Les hydrocarbures sont couramment utilisés pour remplir cette fonction, mais signalons qu'à la longue, ils déteriorent le fil des compteurs et rendent par ce fait des tests périodiques des compteurs nécessaires.

Les gaz les plus souvent utilisés sont les gaz rares étant donné leur structure électronique externe stable, c'est à dire leur inaptitude à capter les électrons primaires résultant d'une ionisation. Notons à ce propos que la présence de gaz électronégatif (oxygène par exemple) pertube notablement le fonctionnement du compteur, en exerçant un véritable piègeage des électrons migrant vers le fil central.

CARACTERISTIQUES GENERALES D'UN COMPTEUR PROPORTIONNEL.

La figure 2 présente le schéma d'un compteur proportionnel. Outre l'enceinte contenant le mélange gazeux et le fil central, nous distinguons les circuits électroniques invariablement associés.

La différence de potentiel V est appliquée comme l'indique la fig. 2.

Le fil est directement relié a un préamplificateur à très grande impédance d'entrée et à faible impédance de sortie permettant de recueillir le signal électrique. La résistance Re symbolise la résistance d'entrée du préamplificateur, C t sa capacité d'entrée ainsi que les capacités parasites.

Les résultats que nous allons présenter on été relevés sur un compteur proportionnel classique de notre fabrication(fig.3.)

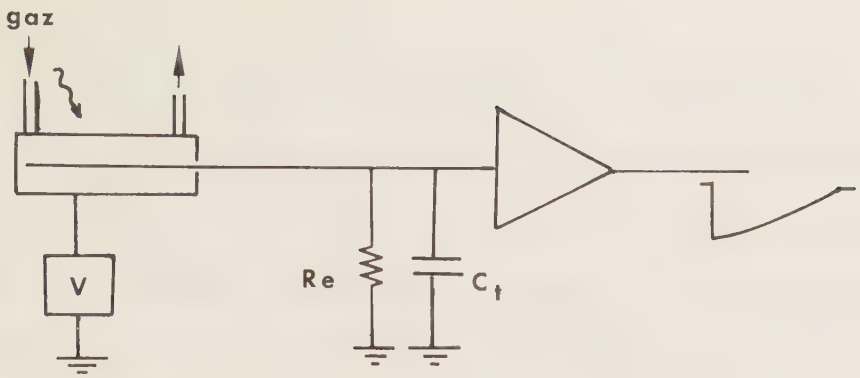
Ce compteur a une surface sensible de 60 x IO mm et une profondeur de 4 mm. Le fil central est en molybdene doré de 25 μm de diamètre. La fenêtre d'entrée des particules est en mylar aluminié de 25μm d'épaisseur. Le mélange gazeux est de l'argon 90 % méthane IO %, le compteur étant à flux gazeux. Le préamplificateur incorporé au boitier à une impédance d'entrée de 50 MΩ et une impédance de sortie de quelques ohms. Les essais ont été effectués avec une source de Fe^{55} émettant un photon de 5,9 Kev.

L'amplitude ΔV de l'impulsion(fig.4) recueillie à la sortie du préamplificateur a pour expression :

$$\Delta V = \frac{Q}{Ct}$$

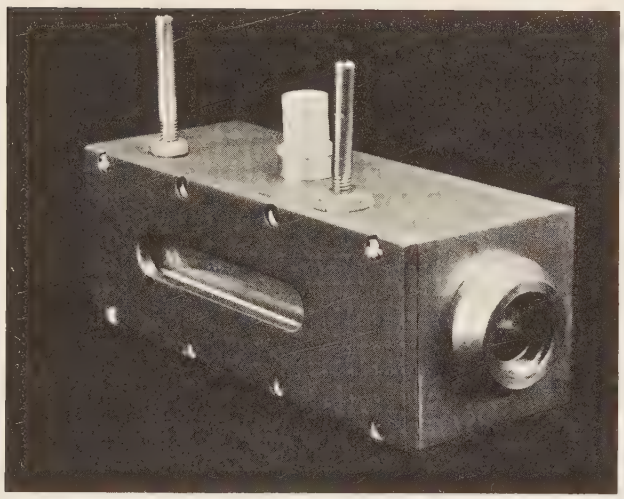
Il est évident que pour que ΔV soit maximum il importe de minimiser Ct

Nous proposons l'analyse de la forme du signal de sortie du préamplificateur que nous présentons(fig.4)car elle exprime fort bien les phénomènes physiques mis en jeux.



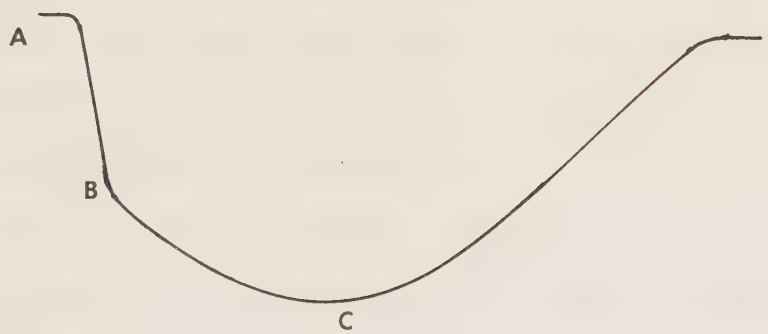
COMPTEUR PROPORTIONNEL
schéma de principe

FIG. 2



COMPTEUR PROPORTIONNEL

FIG. 3



A B 50 ns ΔV 0,5 V

B C 2,5 µs

IMPULSION DE SORTIE DU
PREAMPLIFICATEUR

FIG. 4

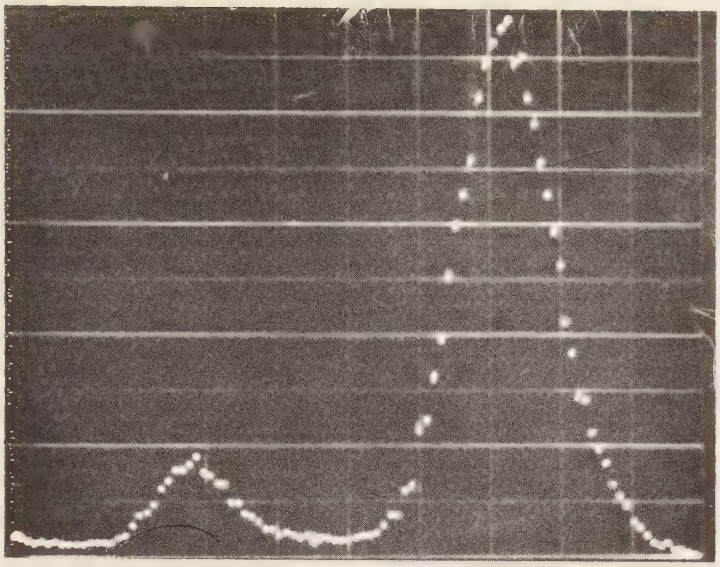
. Supposons une particule incidente, celle ci ionise le mélange gazeux et crée des électrons primaires qui soumis au champ électrique croissant s'acheminent vers le fil créant à leur tour par choc des électrons secondaires. Les ions positifs s'acheminent évidemment vers l'électrode externe. Lorsque les électrons pénètrent dans la zone de champ critique il y a avalanche. La multitude d'électrons créés, vu leur grande mobilité sont collectés en un temps très court sur le fil (10^{-11}s) (3). Les ions positifs ayant une mobilité bien moindre induisent sur le fil lorsqu'ils s'en éloignent par effet électrodynamique un signal observable(fig.4)

La partie A B est dûe à la grande mobilité des ions positifs dans le champ électrique intense au voisinage du fil, la partie B C est dûe à la mobilité décroissante des ions lorsqu'ils s'éloignent du fil pénétrant dans une zone de champ faible. Le temps de remontée est lié à la constante Re Ct caractéristique du préamplificateur.

L'étude de l'amplitude ΔV de l'impulsion de sortie en fonction de la différence de potentiel V nous montre que : pour un certain domaine de valeur de V l'amplitude de l'impulsion est proportionnelle à l'énergie de la particule incidente. Au delà d'un certain seuil V_0 cette caractéristique n'est pas maintenue ΔV restant constant quelque soit l'énergie de l'évènement ionisant. Les deux zones étant raccordées par une zone de transition ou la proportionnalité énergie amplitude se déteriore. La première zone est dite de proportionnalité vraie(fig. 5). La seconde c'est la zone Geiger. La zone intermédiaire est dite de proportionnalité limitée(fig. 6).

Une remarque s'impose sur les fig. 5 et 6 , nous voyons deux pics, le plus intanse est la raie de 5,9 Kev du Fe^{55}, le second, moins intense, à 3 Kev est la raie d'échappement de l'Argon, gaz de remplissage du compteur.

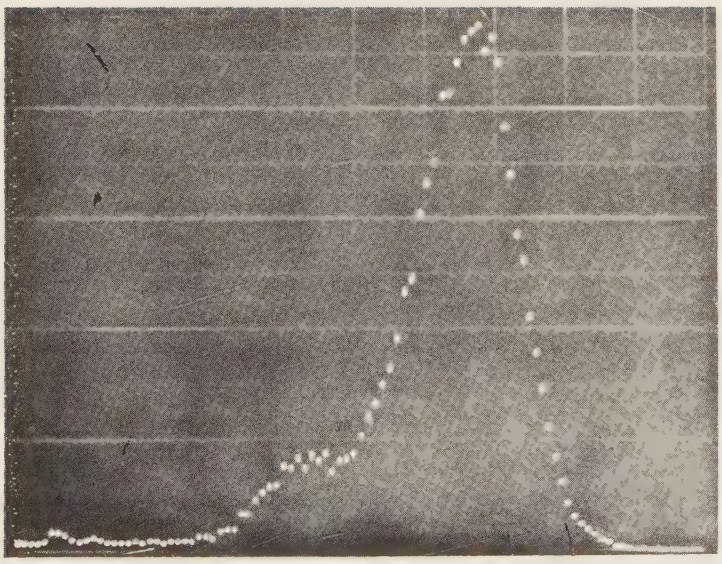
La fig. 7 donne la courbe de résolution en énergie en fonction de la différence de potentiel V. La résolution étant considérée comme la largeur à demi hauteur de la raie du Fe^{55}.



I 3Kev I 5,9Kev

V= 1 Kv

FIG. 5



V= 1,4 Kv

FIG. 6

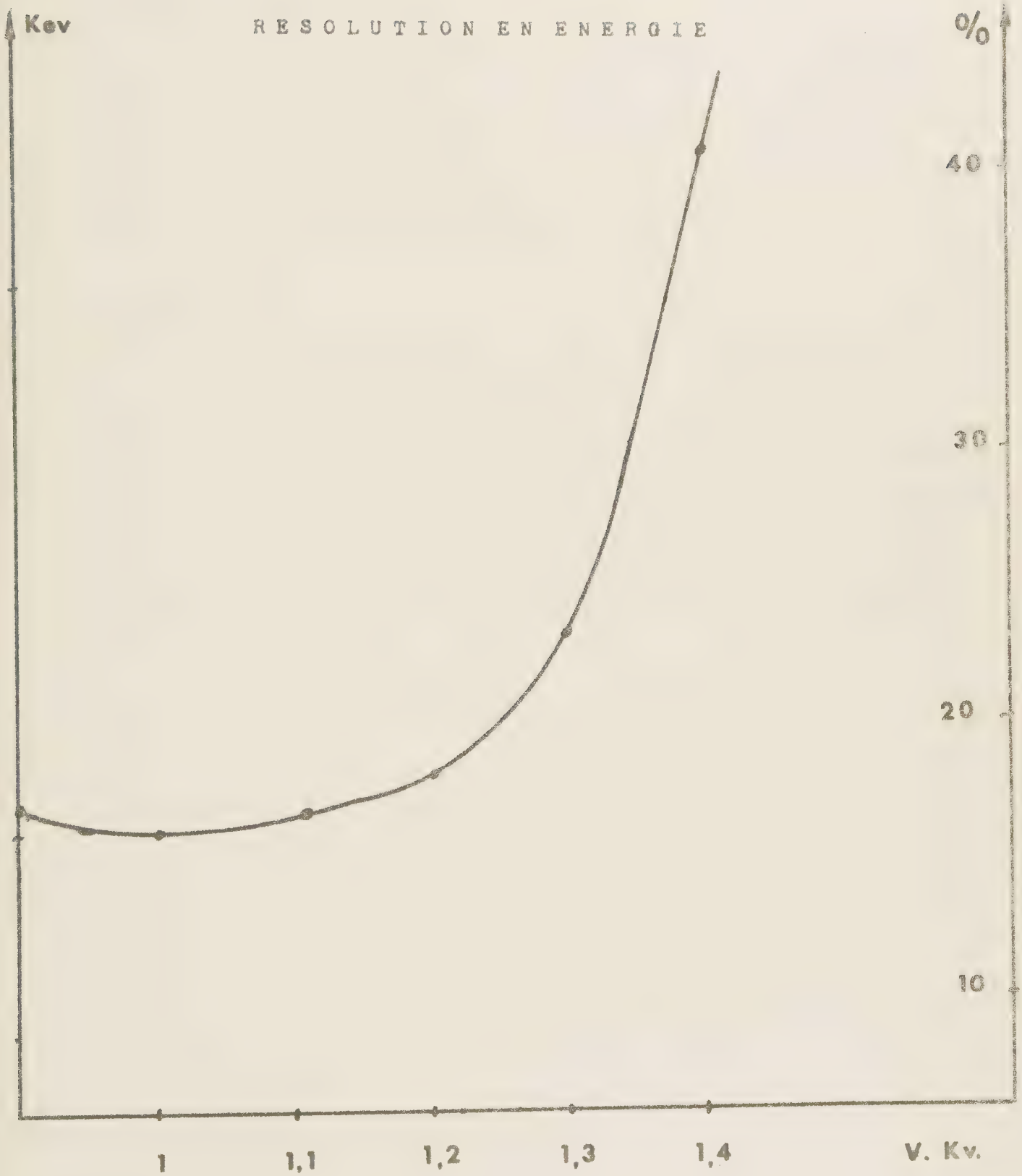


FIG.7

REMARQUE.

Les charges d'espace dues aux molécules ionisées au sein du compteur n'ayant pas été prises en considération, notre raisonnement n'est pas valable pour des taux de comptage élevé (supérieur à 10^5 évènements par seconde). Il n'y a à notre connaissance que l'approche expérimentale du problème qui puisse en permettre la solution.

CONCLUSION.

En dépit de l'apparente simplicité des compteurs proportionnels, les phénomènes physiques mis en jeux, tant aux niveaux du mélange gazeux que des conditions d'apparition de l'impulsion électrique sont assez complexes et exigeraient une étude beaucoup plus complète. Nous avons cependant mis en évidence les principaux critères de fonctionnement du compteur proportionnel à localisation, que nous proposons de développer dans les chapitres suivants.

C H A P I T R E 2

PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DU COMPTEUR PROPORTIONNEL A LOCALISATION.

Généralités.

Dans le compteur proportionnel à localisation que nous proposons, les phénomènes d'ionisation par les particules incidentes ainsi que l'apparition de l'impulsion électrique correspondante au niveau du fil, sont en tous points identiques aux phénomènes observés dans un compteur proportionnel classique, rappelés au chapitre précédent.

Le processus de localisation spatiale de la particule incidente est lié au traitement purement électronique des impulsions recueillies à chaextrémité du fil.

Le détecteur est constitué comme nous l'avons vu par une électrode externe (cathode) dans laquelle est ménagé la fenêtre d'entrée des particules, entourant un fil central (anode) très résistant. L'étude du point de vue électronique d'un tel système, nous amène à considérer une ligne à constante RC répartie formée par la résistance du fil et les capacités parasites anode cathode .

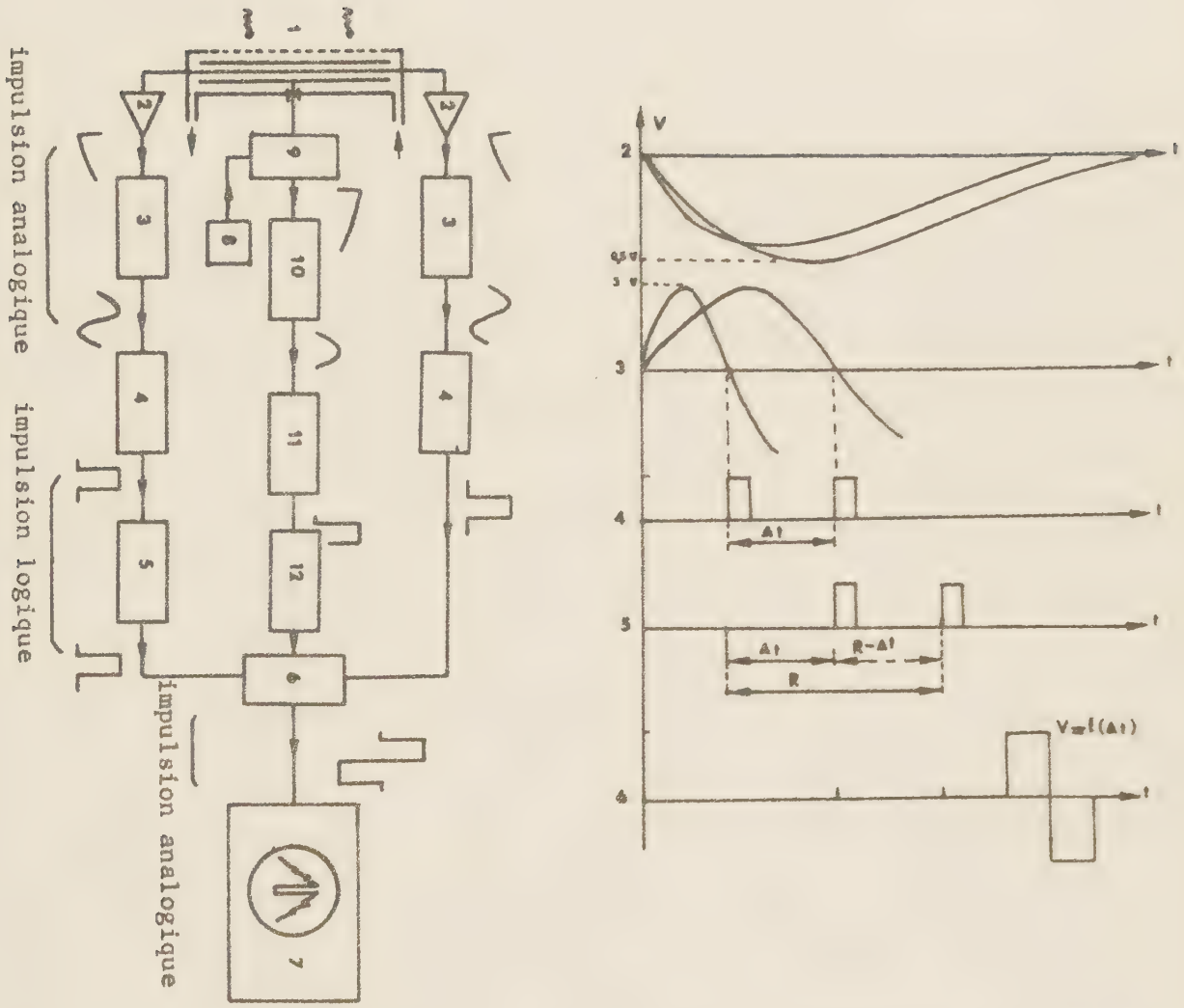
Il est évident qu'une telle structure va nous permettre de recueillir à chaque extrémité du fil deux impulsions dont les formes dépendent de l'abscisse d'un évènement ionisant.

L'analyse de position se faisant par la comparaison temporelle des fronts avant de chacune des impulsions recueillies à chaque extrémité du fil ceci impose pour le traitement deux voies symétriques. Les impulsions prélevées à chaque extrémité de la ligne par l'intermédiaire de deux préamplificateurs adapteur d'impédance, sont ensuite traitées par deux circuits de mise

en forme. Ces circuits délivrent deux impulsions bipolaires dont le point de passage à zéro contient l'information temporelle désirée. Il suffit pour repérer ces points d'utiliser des circuits détecteurs d'un emploi très courant en électronique. Ces circuits délivrent deux impulsions logiques qui sont alors comparées temporellement par un convertisseur temps amplitude. Cet appareil délivre alors une impulsion dont l'amplitude contient l'abscisse de l'évènement ionisant. Ce signal peut être directement traité par différents moyens; analyseurs multicanaux, calculateur etc... Signalons enfin qu'un circuit à retard intercalé dans l'une des voies, permet de définir les limites spatiales du détecteur.

Le système peut être complèté par le prélèvement d'un signal proportionnel à la perte d'énergie, au sein du détecteur, de la particule incidente. Cela nécessite l'emploi d'un préamplificateur de charge, d'un amplificateur linéaire et d'un discriminateur d'amplitude permettant une définition des conditions d'admission de l'évènement ionisant.

Le système offre donc : l'abscisse d'un évènement ionisant et également sa perte d'énergie au sein du détecteur (fig.8)



1 Détecteur - 2 Préamplificateur - 3 Amplificateur - 4 Détecteur de passage à zéro - 5 Retard variable - 6 Convertisseur temps amplitude - 7 Analyseur multicanaux - 8 Haute tension - 9 Préamplificateur de charge - 10 Amplificateur linéaire - 11 Sélecteur monocanal - 12 Retard variable

FIG. 8

FONCTIONNEMENT DU SYSTEME ELECTRONIQUE.

I - LE DETECTEUR.

Par sa géométrie il est identique au compteur proportionnel étudié au paragraphe précédent.

Le fil central est en quartz, sur lequel du carbone a été déposé, son diamètre est de 25 μm et sa résistance de 8 KΩ/mm.

Comme nous l'avons déjà dit, le principe de localisation est basé sur la ligne à constante RC répartie formée par la résistance du fil et les capacités anode cathode. En effet, si nous appliquons au circuit élémentaire RC une tension de temps de montée $tm \gg RC$ nous avons une intégration de ce signal proportionnelle au produit RC (fig.9) telle que $tm' \gg tm$.

Supposons alors qu'une impulsion prenne naissance en un point a du détecteur, elle se propage dans les deux directions offertes par la ligne, et les temps de montée des signaux recueillis à chaque extrémité sont proportionnels aux longueurs de ligne parcourues (fig.IO) :

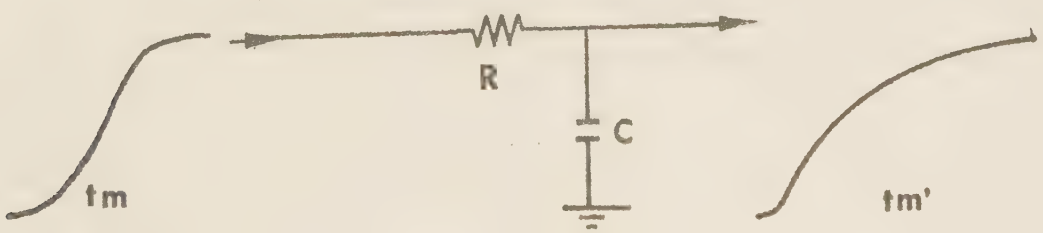


FIG.9

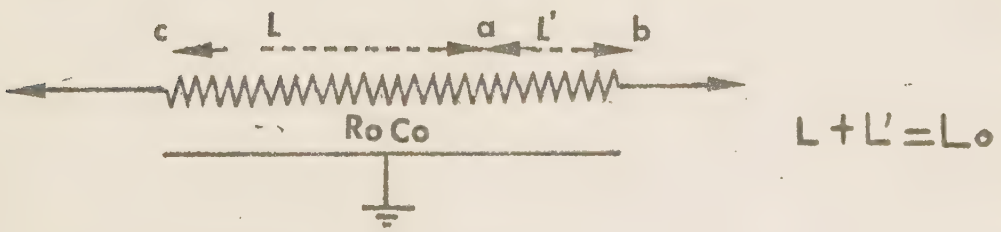


FIG.10

D'après la fig.IO nous pouvons remarquer que :

$$T\,(a\,b) \neq Ro\,L' \,.\, Co\,L' = Ro\,Co\,L'^2$$

$$T\,(a\,c) \neq Ro\,L \,.\, Co\,L = Ro\,Co\,L^2$$

$$\Delta T \neq Ro\,Co\,(L^2 - L'^2) = Ro\,Co\,(2\,Lo\,L - Lo^2)$$

Donc pour avoir une bonne sensibilité du détecteur par unité de longueur, il importe que le produit Ro Co soit maximum. Ro étant défini par la résistance du fil existant, nous avons étudié la géométrie du compteur pour avoir Co le plus grand possible.

Une structure cylindrique semble à première vue très bien adaptée, mais outre les difficultés de mise en place des fenêtres d'entrée des particules, nous avons une inhomogénéité d'efficacité sur la hauteur du compteur. (L'efficacité étant proportionnelle à la quantité de matière recontrée par la particule). Une structure rectangulaire permet de surmonter ces obstacles tout en conservant une capacité Co s'écartant peu de celle offerte par la géométrie cylindrique (fig.II)

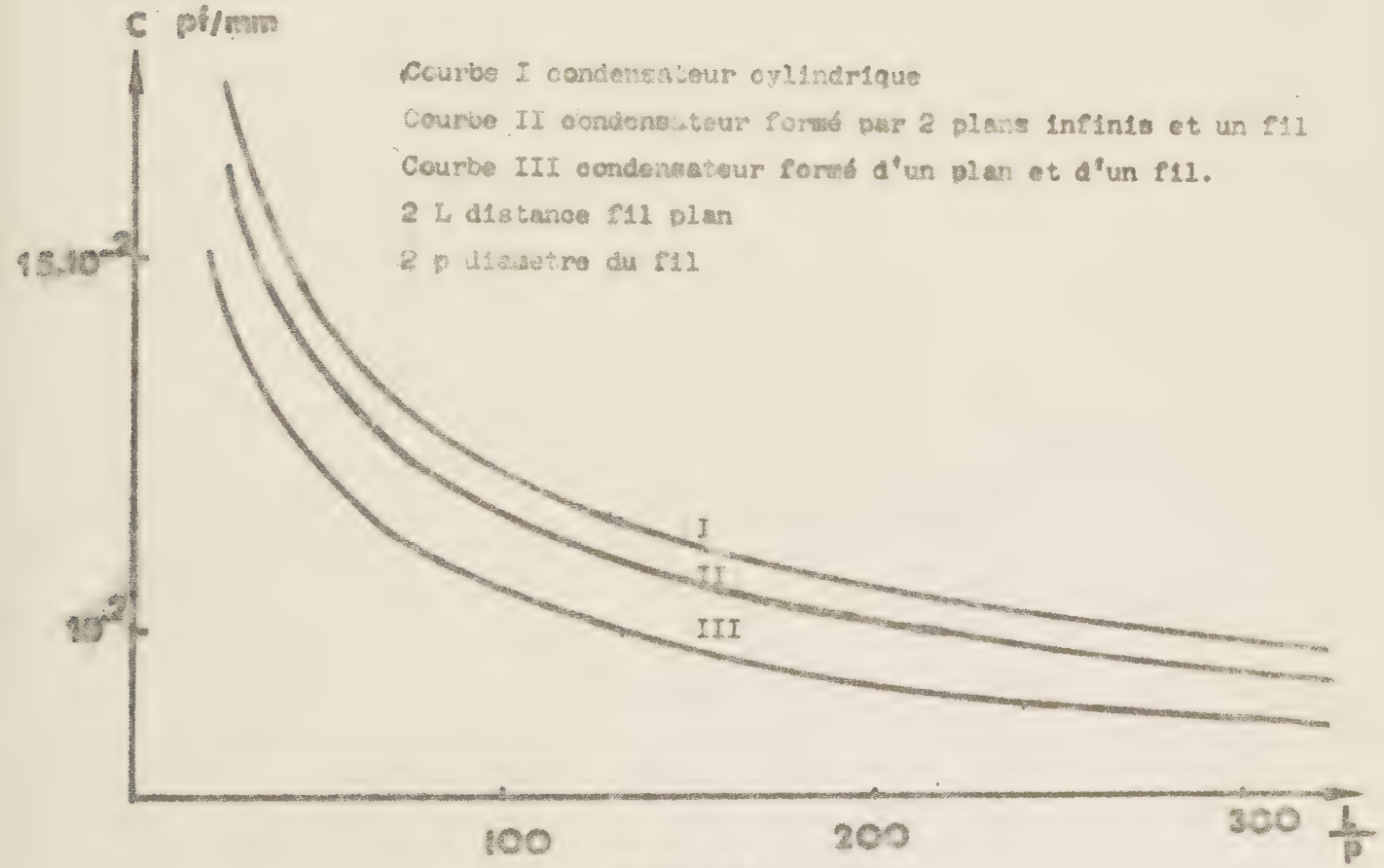


FIG.II

2 - PREAMPLIFICATEURS.

L'impédance de la ligne étant extrèmement élevée, il est nécessaire d'utiliser des amplificateurs adapteurs d'impédance. Ceux que nous utilisons présentent une très grande impédance d'entrée, de l'ordre de 50 MΩ, grace à l'emploi d'un transistor à effet de champ, couplé de façon continu à un second transistor monté en émetteur suiveur, ceci permettant de forts taux de comptage, ainsi qu'une impédance de sortie faible (quelques ohms). Pour ne pas masquer l'effet de capacité de la ligne sur quoi repose le principe de localisation, nous avons particulièrement étudié le système de connection ligne préamplificateur pour en limiter autant que possible la capacité parasite.

La (fig.I2) donne l'aspect théorique des impulsions de sortie d'un préamplificateur en supposant un fort taux de comptage où il y a empilement des impulsions sur les temps de descente.

La (fig.I3) est un cliché pris à l'oscilloscope des formes d'impulsions caractéristiques pour un taux de comptage assez élevé ($2\ I0^4$ coups/s.) qui sont cependant convenablement traitées par les amplificateurs.

Pour les développements qui suivront, nous avons considéré que l'expression analytique de l'impulsion de sortie est approximativement de la forme :

$$v(t) = I - \exp\left(-\frac{t}{\theta}\right)$$

avec : $\theta = \theta_I + \theta_2$

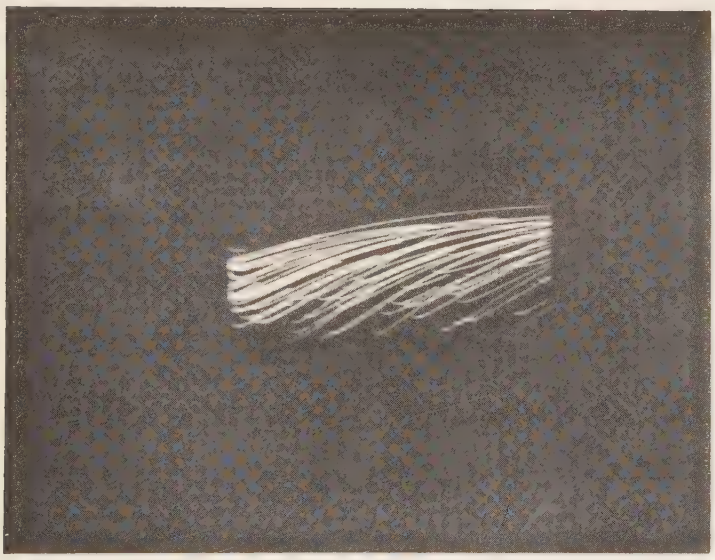
θ_I : caractérisant l'association des éléments détecteur préamplificateur.

θ_2 : caractérisant le point de localisation de l'évènement ionisant.

tm : temps de montée de l'impulsion

td : temps de descente de l'impulsion

FIG.12



200 mv/div.

100 ms/div.

FIG.13

3 - AMPLIFICATEURS.

Les amplificateurs constituent la pièce principale du système, un choix judicieux s'impose. Ils ont en effet un double rôle.

A) Extraire l'information contenue dans le temps de montée (tm) des impulsions issues des préamplificateurs.

B) Maintenir un excellent rapport signal sur bruit, condition toujours essentielle à une mesure précise. En effet, on sait que tout élément de circuit électronique génère des signaux parasites d'origines diverses et il importe toujours de les minimiser.

Nous admettrons que ces deux fonctions sont réalisées par l'emploi de circuit différentiateur et intégrateur. Examinons les fonctions réalisées par le système (fig.I4).

Il nous semble tout d'abord important d'attirer l'attention sur la fonction de la première cellule RC du circuit. En effet, s'il se présente à l'entrée de ce circuit différentiateur des impulsions empilées telles que les présentent les fig. I2 et I3 ce circuit va extraire les temps de montée tm des impulsions. et rejeter les temps de descente td qui ne sont porteurs d'aucune information, mais caractérisent comme nous l'avons vu uniquement le circuit d'entrée du préamplificateur. La fig.I5 montre la réponse d'un tel circuit à des impulsions empilées, et de quelle façon nous pouvons extraire l'information de signaux apparamment aussi incohérents que ceux de la fig.I3.

Ceci précisé, un examen théorique approfondi de l'ensemble du circuit de la fig.I4 (4) montre que lorsque des impulsions de la forme donnée par les fig.I2 et I3 se présentent à l'entrée d'un tel circuit, il en ressort des impulsions bipolaires. La fig.I6 est un cliché pris à l'oscilloscope illustrant cette propriété de l'amplificateur. Les impulsions bipolaires ont au voisinage de l'amplitude nulle un point d'inflexion contenant l'information temporelle exprimée par le temps de montée tm de l'impulsion incidente.

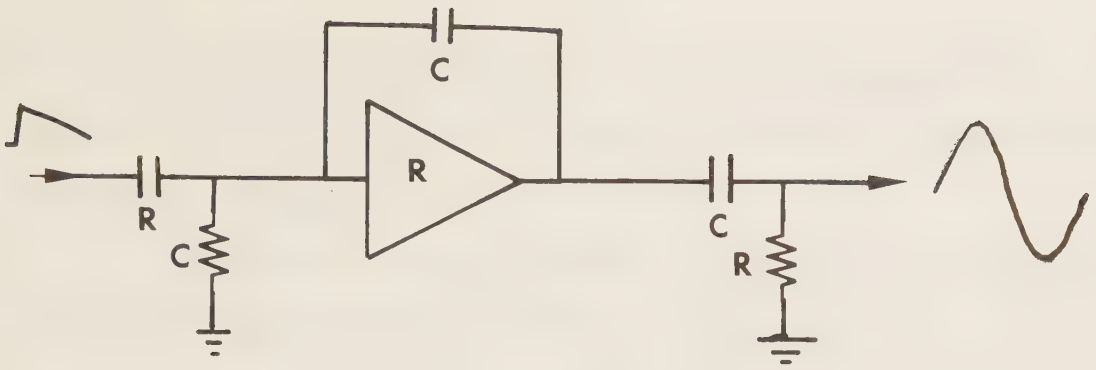


FIG.14

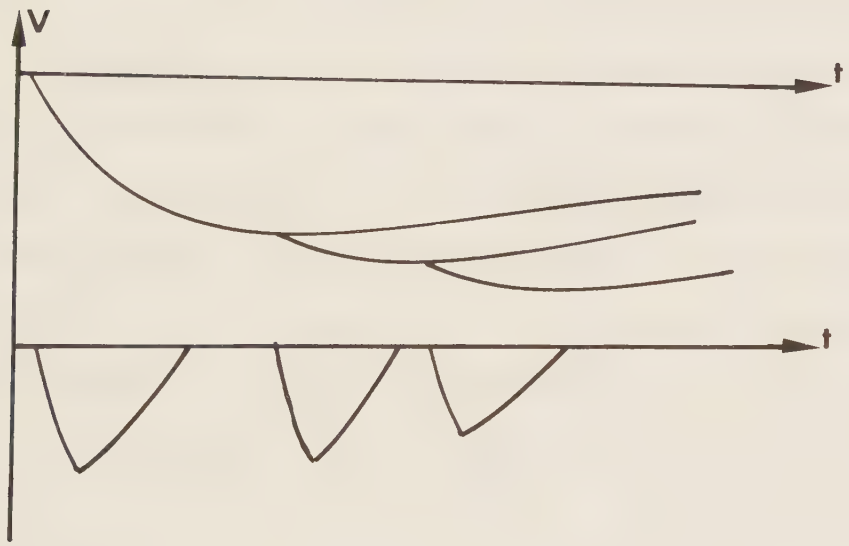
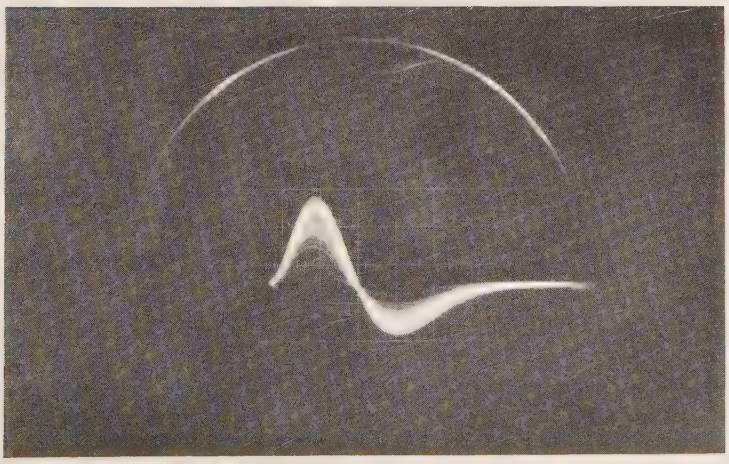


FIG.15



- 0,5 v/div.

0,5 μs/div.

FIG.16

L'information temporelle extraite du circuit n'est pas indépendante du choix des valeurs RC du circuit, et ce choix permet d'optimiser la résolution spatiale du système de détection.

Nous avons calculé la réponse d'un tel circuit pour des impulsions incidentes comme nous l'avons vu plus haut de la forme

$$v(t) = I - \exp - \frac{t}{\theta}$$

La fig.I7 montre la réponse du circuit pour différentes constantes RC et pour $\theta = I\ \mu s$ (ce qui est une valeur moyenne dans les cas pratiques).

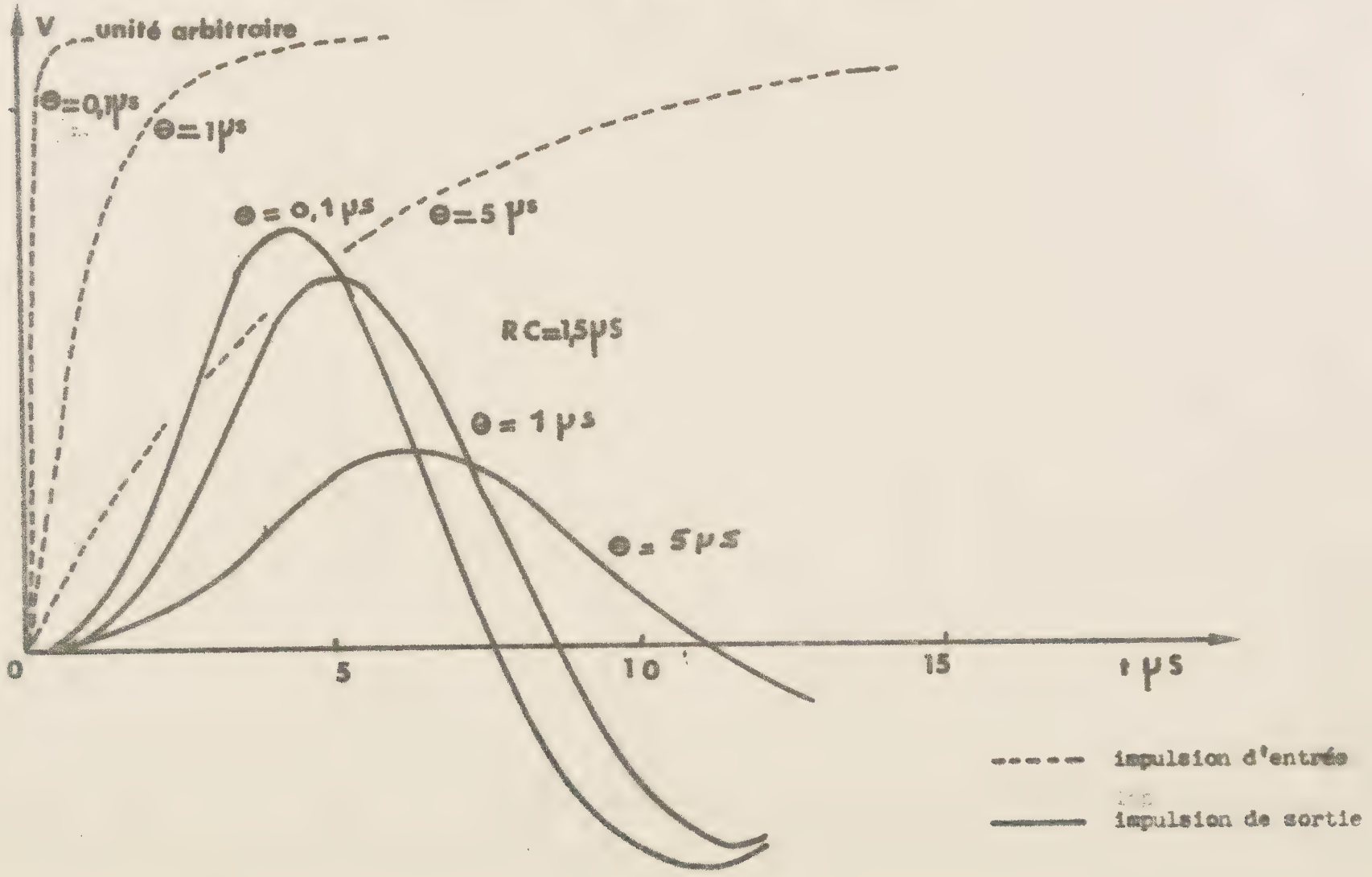
L'information de position étant contenue dans le temps de montée de l'impulsion, il apparait sur la fig.I7 que la constante optimum se situe aux environs de $I\ \mu s$. En effet les constantes RC plus faibles analysent qu'une partie du temps de montée, donc le facteur d'imprécision sur la position de l'évènement ionisant sera grand, par contre les constantes RC plus longues prennent en considération un maximum extrèmement flou de l'impulsion incidente, ce qui introduit encore dans ce cas une imprécision importante sur la mesure effectuée.

La fig.I8 par contre fixe la constante RC du circuit à $I,5\ \mu s$ et donne la réponse du circuit pour différentes valeurs de θ (rappelons que θ caractérise le temps de montée de l'impulsion incidente). Les mêmes conclusions peuvent être tirées que précédemment, les valeurs de θ et de RC doivent être corrélées pour obtenir la meilleure localisation.

Précisons qu'une détermination mathématique rigoureuse de θ et de RC est pratiquement impossible, car par exemple θ est fonction d'une capacité extrèmement faible (capacité de la ligne IO^{-I3} à IO^{-I4} pF. dont la mesure est impossible à réaliser) à laquelle s'ajoute des capacités de connections (détecteur préamplificateur) assez aléatoires.

En ce qui nous concerne, nous avons toujours déterminé les

FIG.18


V unité arbitraire
Θ=0,1μs
Θ=1μs
Θ = 0,1 μs
Θ=5 μs
RC=1,5μs
Θ = 1 μs
Θ = 5μs
0
5
10
15
t μs
impulsion d'entrée
impulsion de sortie

constantes RC de l'amplificateur d'une façon pratique par des mesures systématiques de la résolution spatiale en fonction de R.C. Cependant nous avons pu vérifier la validité de l'interprétation mathématique simple que nous proposons.

Les fig.I9 et 20 donnent l'instant de passage à zéro pour différentes valeurs de θ du signal d'entrée, la constante RC du circuit étant portée en paramètre. Nous pouvons observer une non linéarité intégrale inhérente au système et qu'évidemment nous avons observé pratiquement lors de la construction des grands détecteurs. Remarquons que cette courbe est monotone et peut être corrigée facilement par l'intermédiaire d'un calculateur. Pour les petits détecteurs (60 mm) aucune correction de linéarité s'impose l'effet étant de l'ordre de 1%.

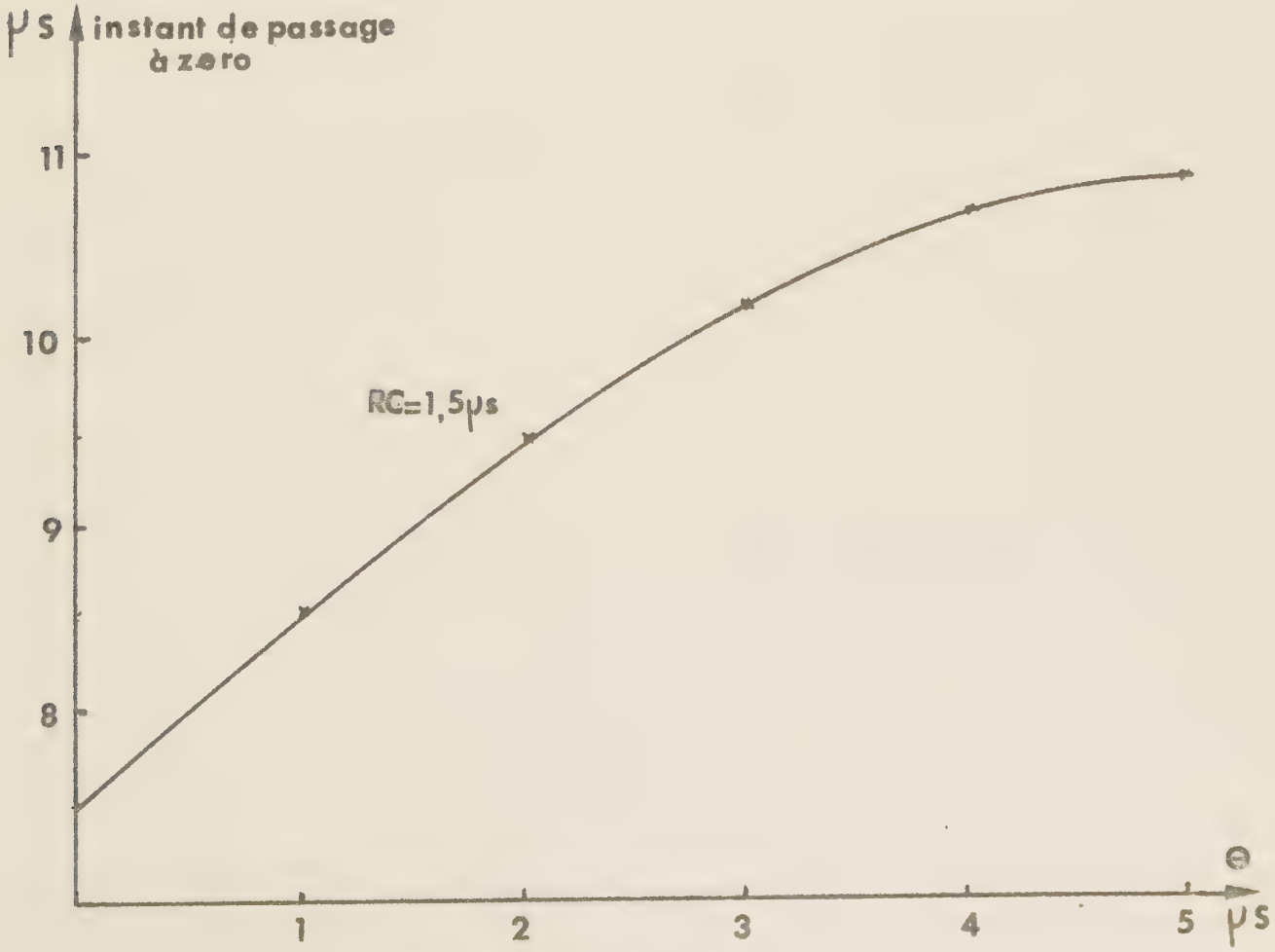


FIG.19

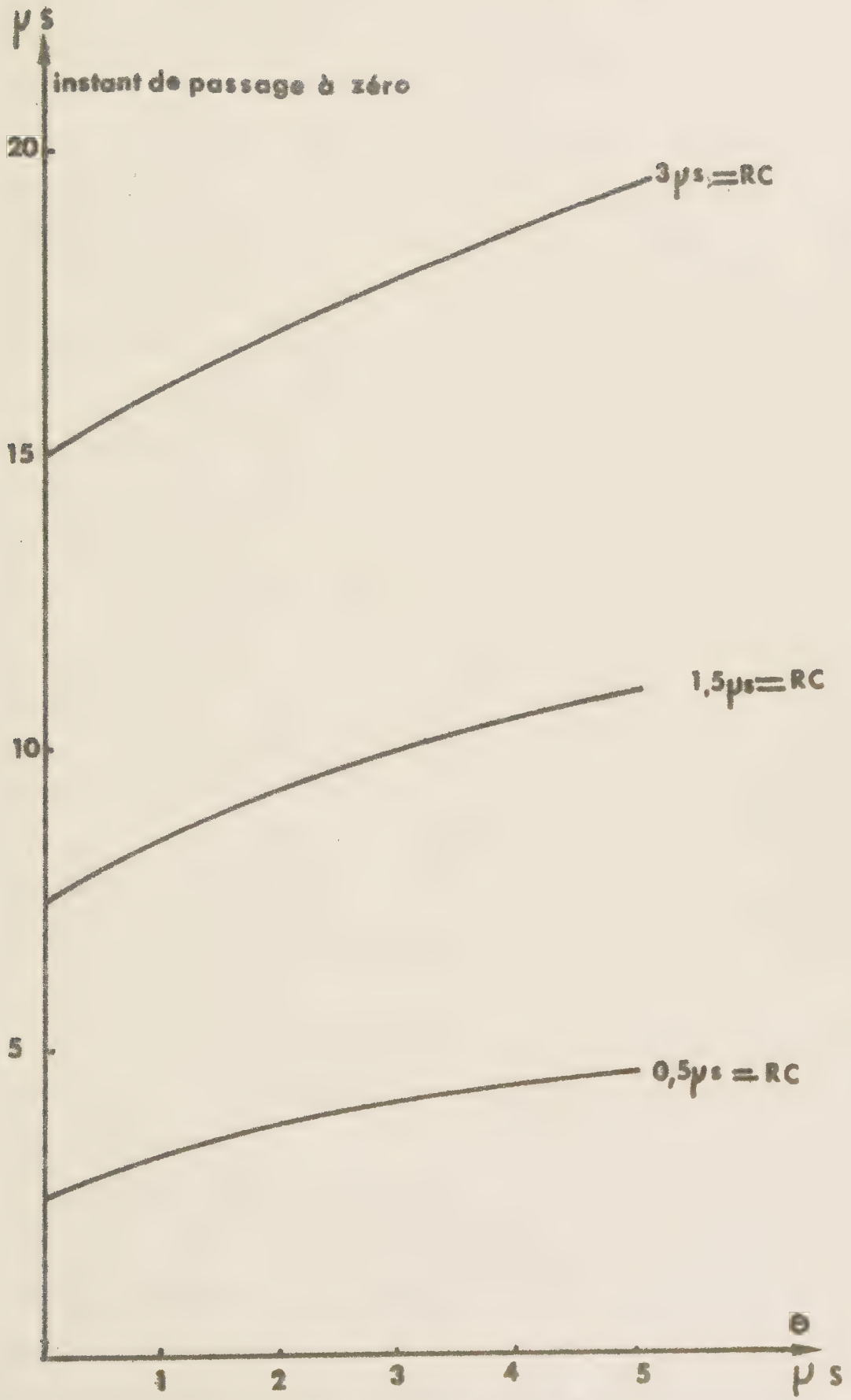

μs
instant de passage à zéro
20
15
10
5
3μs = RC
1,5μs = RC
0,5μs = RC
θ
1
2
3
4
5
μs

FIG. 20

Nous avons signalé au début de ce paragraphe qu'un paramètre important pour toute mesure utilisant un système électronique est le bruit généré par les composants de ce système (5).

Ce terme général de bruit, désigne un spectre de fréquence extrèmement étendu qui vient perturber le temps de montée de l'impulsion analysée dans sa forme et son amplitude, apportant une erreur de mesure importante dans la position que l'on se propose de repérer. Il est donc nécessaire de limiter au maximum ce bruit.

Nous allons voir que l'amplificateur permet de l'éliminer pour une grande part. En effet, nous savons que la transformée de Fourrier permet le passage d'une impulsion représentée par une fonction du temps en une fonction de la fréquence .

telle que $v(t) = 1 - \exp. - \frac{t}{\theta}$

devient $f(\omega) = \frac{1}{j\omega} - \frac{1}{j\omega + \frac{1}{\theta}}$

Nous avons tracé la réponse de l'amplificateur à l'aide d'un générateur de signaux sinusoïdaux pour différentes constantes RC (fig.2I)

Nous voyons que l'amplificateur se comporte comme un filtre passe bande, ce qui permet d'améliorer considérablement la précision de mesure en rejettant toutes les fréquences de bruit non incluses dans la bande passante du filtre.

Précisons que ce bruit d'une façon générale croît lorsque la constante RC diminue. La fig.22 donne le bruit de l'amplificateur en fonction de la constante RC.

4 - DETECTEUR DE PASSAGE A ZERO.

Comme nous l'avons vu au paragraphe précédent, l'information de localisation recherchée est située au point de passage à zéro de l'impulsion bipolaire issue de l'amplificateur. Ces circuits très classiques en électronique sont constitués par une bascule à seuil de déclanchement très bas. En fait le seuil est limité par le bruit électronique.

FIG. 21

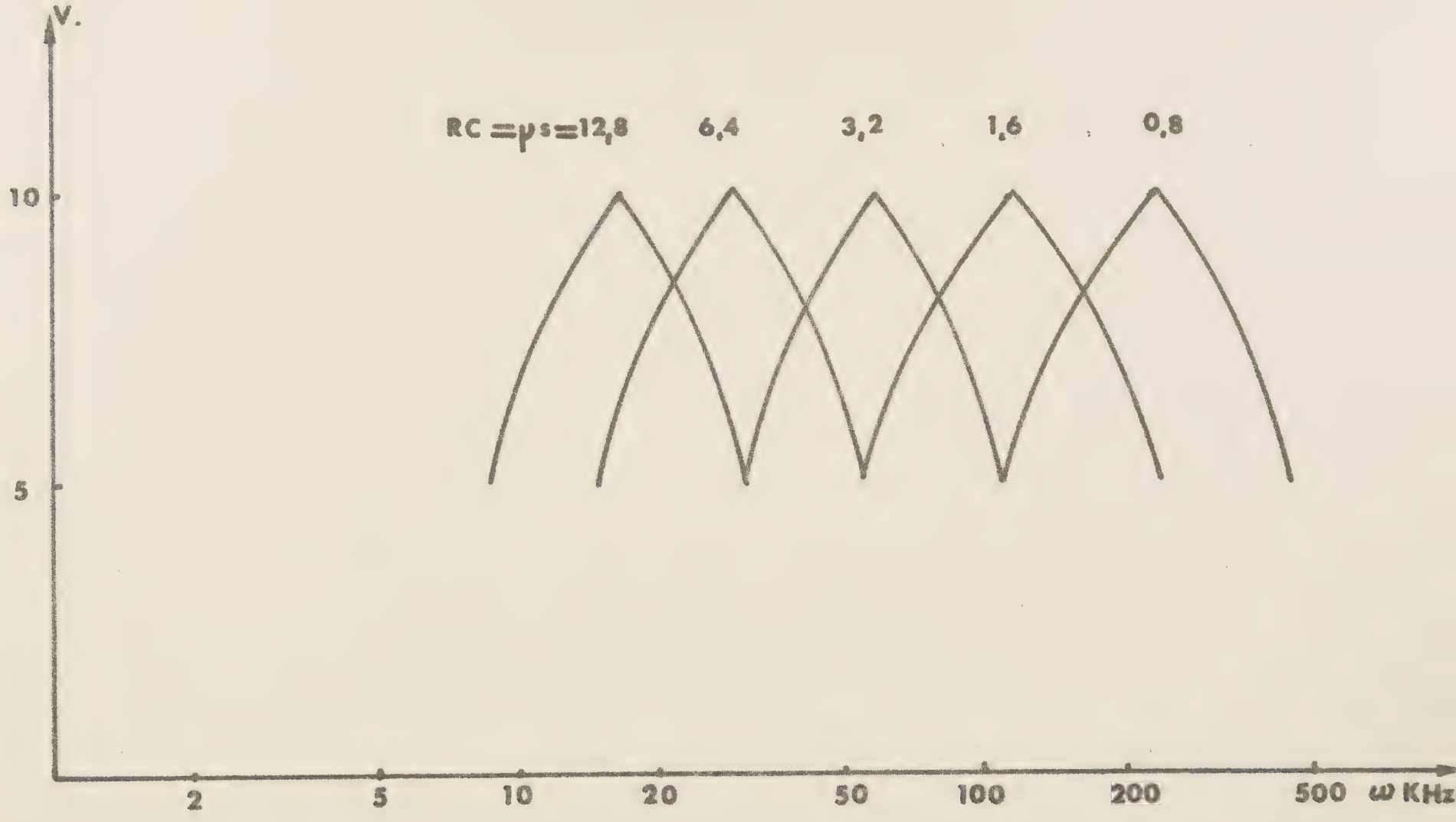
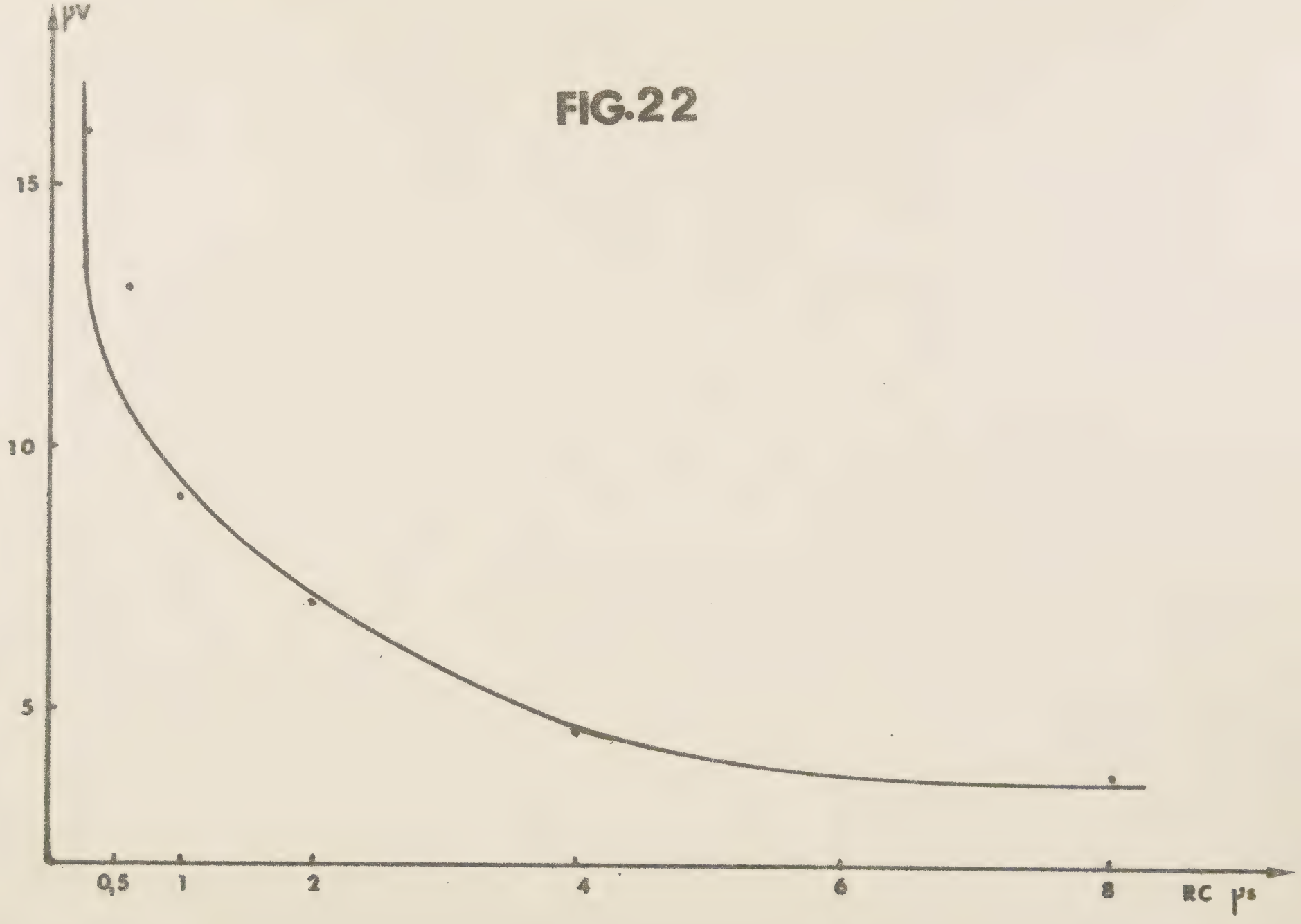


FIG.22



La précision de la détection de passage à zéro est de ce fait fonction de la pente de l'impulsion issue de l'amplificateur au voisinage du passage à zéro. La fig.23 montre la corrélation point de passage à zéro de l'impulsion issue de l'amplificateur et signal logique fourni par le détecteur de passage à zéro. La fig.24 montre le décalage dans le temps des impulsions provenant des deux voies symétriques d'analyse de position de l'évènement ionisant.

5 - CIRCUIT A RETARD.

L'adjonction de ce circuit permet de fixer un décalage systématique dans le temps pour permettre le bon fonctionnement du circuit suivant. Des formules plus sophistiquées peuvent être utilisées pour obtenir un effet de loupe sur le compteur ou, un déplacement du spectre observé au niveau de la visualisation.

6 - CONVERTISSEUR TEMPS AMPLITUDE.

Chacune des voies d'analyse ayant fournit à la sortie des détecteurs de passage à zéro des impulsions logiques dont la position dans le temps contient l'information spatiale recherchée, il suffit alors de faire la comparaison temporelle de ces signaux. Le convertisseur temps amplitude comporte un condensateur à caractéristique de charge linéaire. Une impulsion en provenance d'un détecteur de passage à zéro, déclanche la charge du condensateur. Celle ci est stoppée par l'impulsion provenant de l'autre détecteur de passage à zéro. La mesure de l'amplitude de la tension aux bornes du condensateur est directement proportionnelle au temps séparant les deux impulsions. Nous avons repéré ainsi la position de la particule incidente sur le compteur. Cet appareil comportant une entrée "Start" et une entrée "Stop", nous voyons ici l'intérêt du circuit à retard qui permet de toujours respecter l'ordre chronologique d'arrivée des impulsions en imposant un retard systématique à la voie "Stop" ce qui n'affecte évidemment pas la mesure de position qui est fonction de Δ t. La fig.25 est la conversion en amplitude du décalage dans le temps des signaux de la fig.24

7 - ALIMENTATION HAUTE TENSION (8)

La haute tension appliquée aux différents types de détecteur que nous avons réalisé est de l'ordre de 1200 à 1500 v. Elle doit être à réglage continu pour permettre l'optimisation de la résolution spatiale.

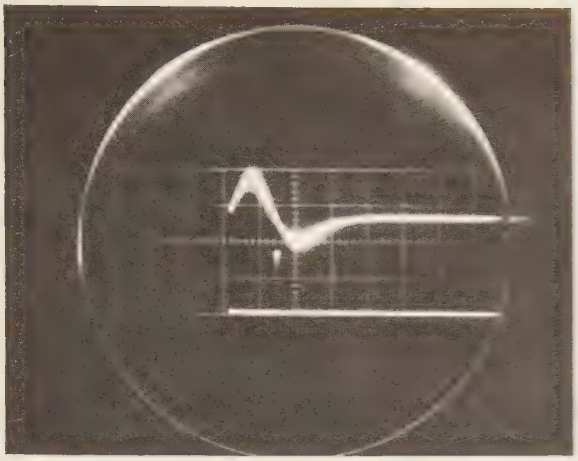


FIG. 23

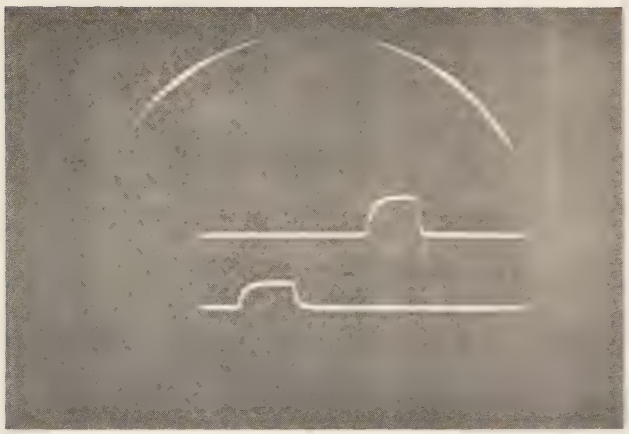


FIG. 24

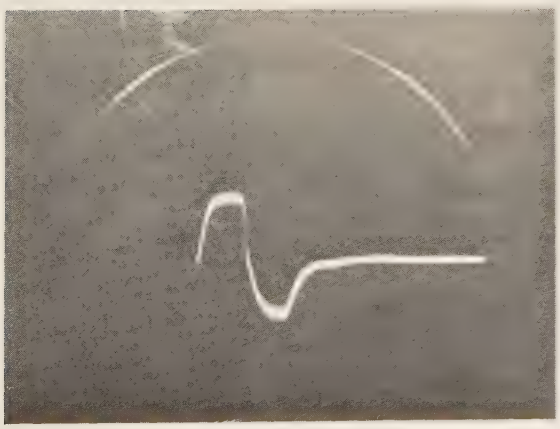


FIG. 25

PRELEVEMENT DE L'INFORMATION EN ENERGIE.

8 - PREAMPLIFICATEUR DE CHARGE (9)

Habituellement le prélèvement de l'information en énergie à l'issue d'un compteur proportionnel, se fait comme nous l'avons indiqué au paragraphe précédent, sur le fil central. Dans notre cas pour séparer les fonctions, nous avons préféré faire ce prélèvement sur l'électrode externe (cathode). En effet à une charge -Q sur le fil correspond une charge +Q sur la cathode.

Pour cela, nous avons utilisé un préamplificateur de charge à réaction capacitive utilisé habituellement auprès de détecteurs semi conducteurs.

9 - AMPLIFICATEURS (IO)

Les signaux délivrés par ces préamplificateurs étant assez faibles du point de vue de l'amplitude, une amplification linéaire s'impose. Comme dans les mesures spatiales précédemment étudiées, la caractéristique essentielle de précision de mesure est encore là le rapport signal sur bruit de l'amplificateur. Nous avons donc utilisé les mêmes amplificateurs, mais en excluant l'impulsion bipolaire inutile dans le cas actuel de la mesure d'amplitude.

IO - DISCRIMINATEUR D'AMPLITUDE (II)

Dans certains cas nous pouvons désiré une sélection en énergie des particules détectées dans le compteur. Nous pouvons par l'intermédiaire d'un discriminateur d'amplitude fixer un seuil, inférieur, supérieur, ou une bande d'énergie et n'autoriser l'analyse spatiale que des rayonnements d'énergie déterminé . Ces appareils étant d'un emploi extrêmement simple nous ne nous étendrons pas davantage si ce n'est pour dire qu'en général c'est au niveau du convertisseur temps amplitude que l'autorisation d'analyse a lieu, à seule fin de ne pas surcharger par des informations finalement rejetées les systèmes de traitement de l'information.

II - CIRCUIT A RETARD (I2)

Ce circuit permet simplement de coordonner dans le temps l'instant d'arrivée des différentes impulsions au convertisseur temps amplitude.

La fig.26 montre, à droite le spectre total en énergie de notre tube à rayons X, à gauche nous voyons le même spectre après discrimination des parties gauche et droite de la raie principale.

De même la fig.27 montre, à droite, le spectre du Fe^{55} (raie à 5,9 Kev) avec la raie d'échappement de l'argon de remplissage du compteur (à 3 Kev), à gauche nous voyons le même spectre après discrimination de la raie d'échappement de l'argon.

I2 - TRAITEMENT DE L'INFORMATION (7)

Seul le type des expériences à réaliser peut guider le choix des moyens à utiliser. Pour notre part nous avons utilisé un sélecteur multicanaux de 4 x I00 canaux avec une imprimante associée.

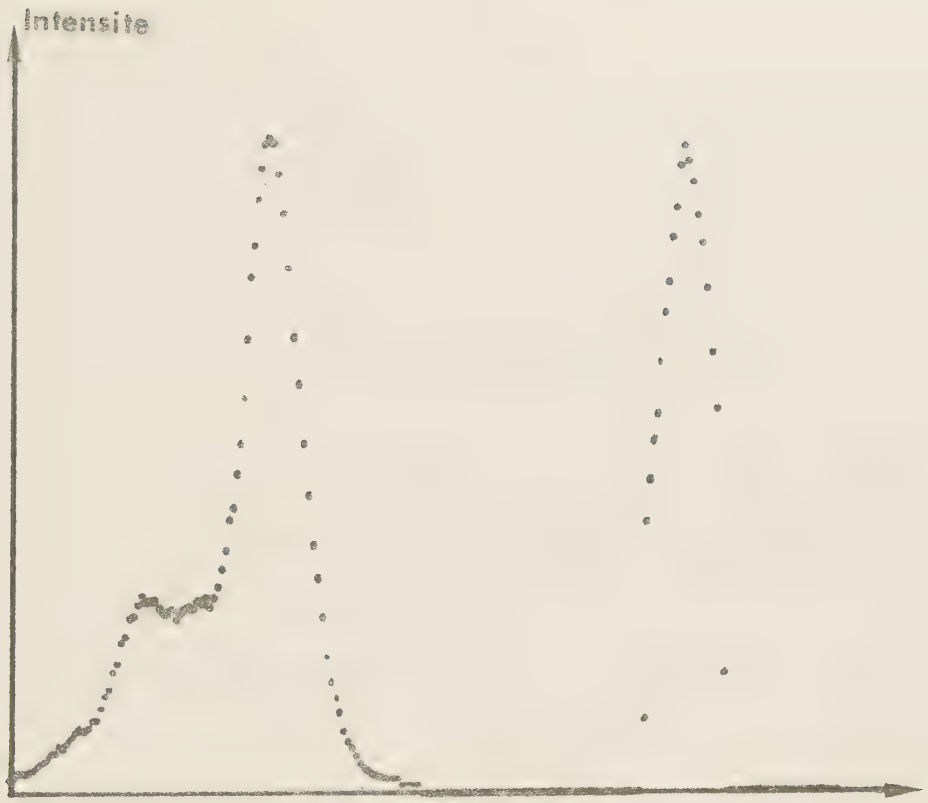


FIG. 26

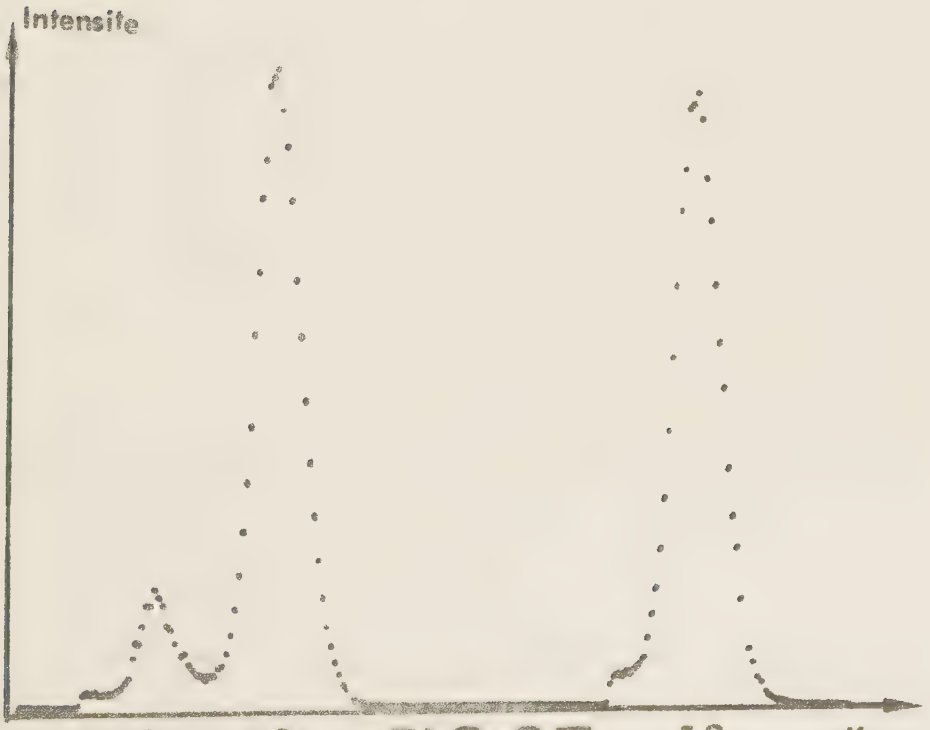


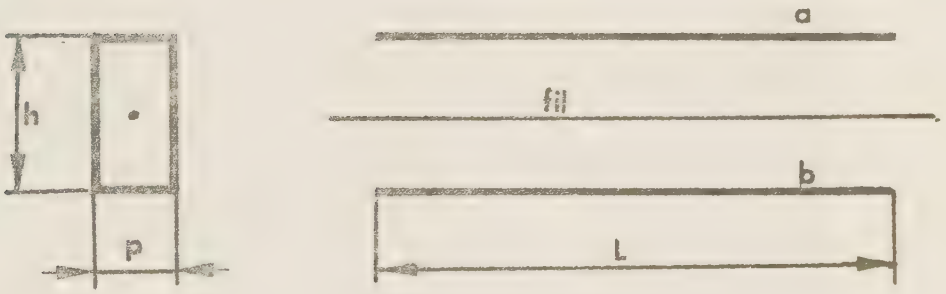
FIG. 27

REALISATION ET TEST.

Les essais de tous nos compteurs ont été effectués avec un générateur à rayons X de notre fabrication. Il comporte un tube "microfoyer" à anticathode de cuivre d'une puissance de 600 w. Ce faisceau collimaté par une fente a une dimension de 0,1 x 3 mm. Le compteur est placé toujours perpendiculairement au faisceau sur une table permettant le déplacement selon deux axes fig.28.

Les impératifs expérimentaux nous ont amenés à construire des détecteurs extrêmement divers (fig.29) et à définir des paramètres géométriques et physiques commun à tous les compteurs.

a) PARAMETRES GEOMETRIQUES.



L : longueur du détecteur.

p : profondeur totale du détecteur.

h : hauteur du détecteur.

Nous développerons par la suite les paramètres physiques dans la limite des coordonnées définies ci-dessus.

b) PARAMETRES PHYSIQUES.

1°) Linéarité en fonction de la longueur.

2°) Résolution spatiale.

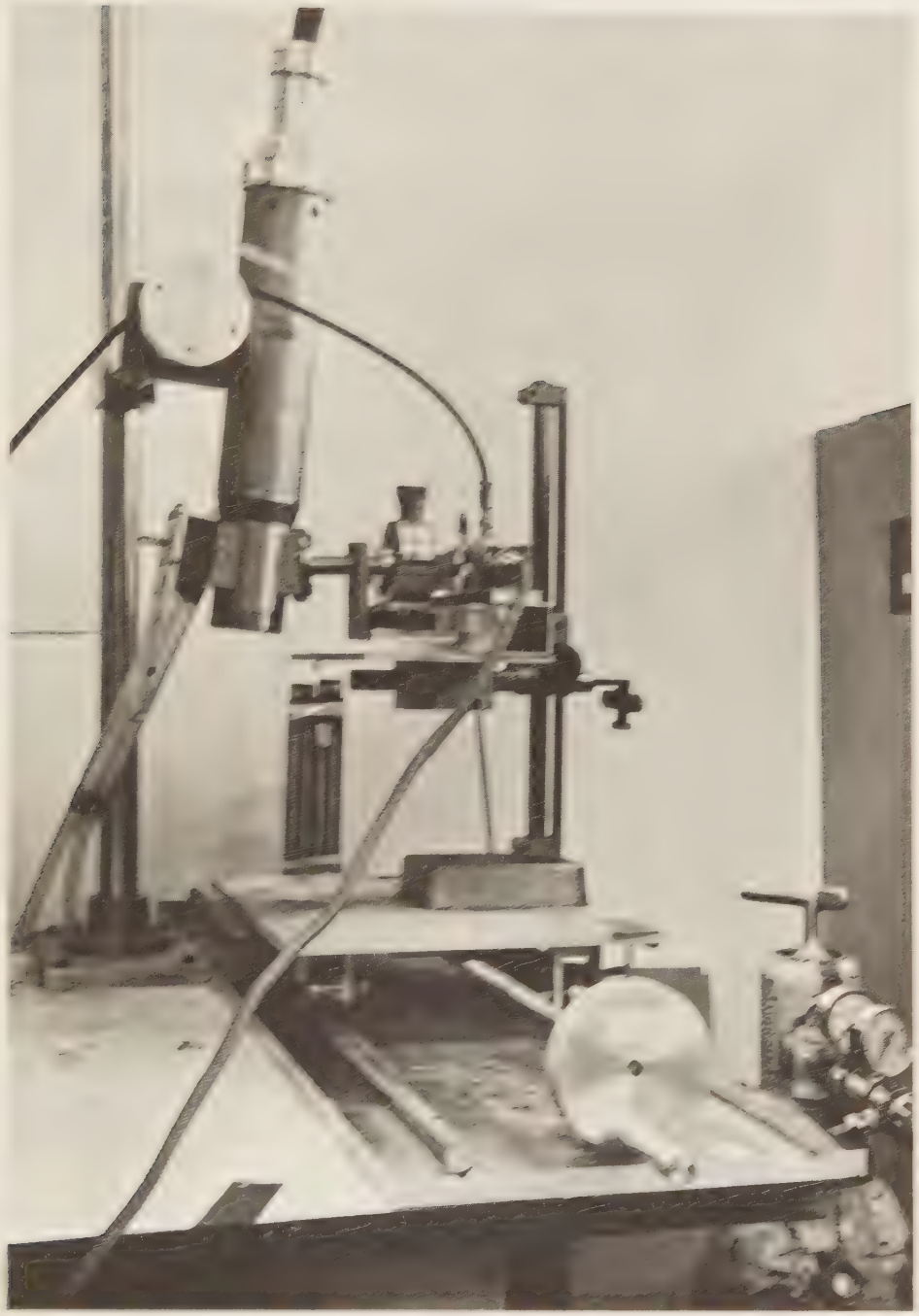
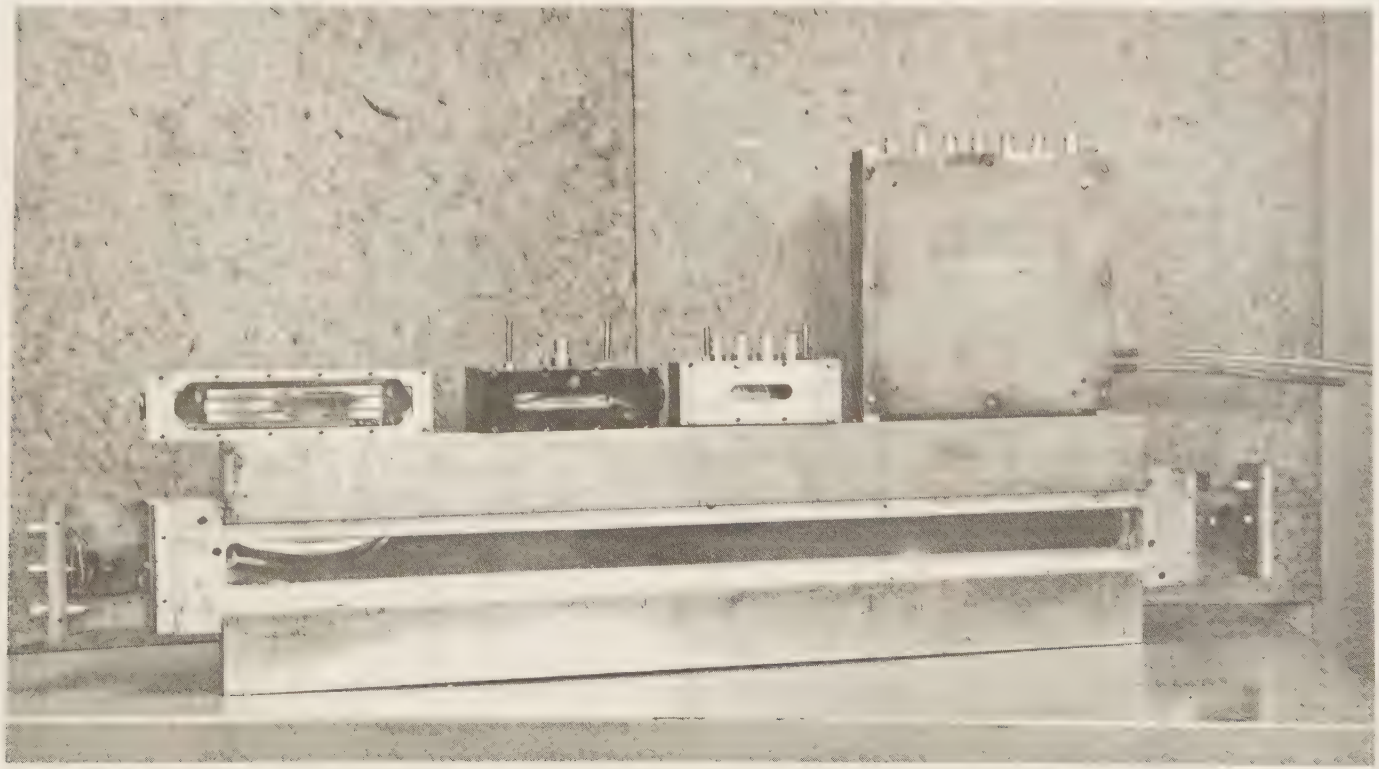


FIG. 28

FIG.29



3°) Résolution en énergie.

4°) Taux de comptage.

5°) Constante de temps RC des amplificateurs.

6°) Pression de fonctionnement.

Pour chaque type de compteurs développés, nous donnerons en détails les paramètres définis ci-dessus.

Le fil central constituant tous nos compteurs est comme nous l'avons déjà précisé un fil de quartz de 25 μm de diamètre sur lequel a été déposé du carbone réalisant une résistance de 8 KΩ/mm. Remarquons que d'éventuels défauts d'homogénéité dans la résistance du fil se traduiraient par des discontinuités de la courbe de linéarité, effet que nous avons mis en évidence après une détérioration locale (accidentelle) du fil. Notons que nous avons jamais observé de défaut de ce type génant pour nos précisions de mesure.

REMARQUE.

L'influence réciproque des électrodes externes (a,b) portées au même potentiel pertube la répartition du champ électrique au sein du détecteur et limite ainsi la hauteur h sensible en fonction de la profondeur p du détecteur. Le tableau suivant montre la relation que nous avons pu relever entre p et h

p mm	I	4	6	I0
h mm	I	I2	I6	36

REGLAGE DU SYSTEME DE LOCALISATION.

I°) Envoyer normalement à la fenêtre du détecteur un faisceau de rayons X très fin (I00 μm), linéaire dans la direction perpendiculaire au fil.

2°) Observer l'impulsion de sortie du convertisseur temps amplitude fig.25 à l'oscilloscope sur la sensibilité 0,5 v/div. décaler le spot de l'oscilloscope vers le bas afin d'observer le sommet de l'impulsion avec un effet de loupe.

3°) Monter la haute tension (8) jusqu'à la zone de semi proportionnalité du détecteur très visible à l'oscilloscope puisqu'il y a étalement de l'avalanche (voir chapître 1 page 2) l'impulsion fluctuant très nettement en amplitude fig. 30, redescendre la haute tension jusqu'au minimum de fluctuation. Cette opération est assez facile car la courbe de résolution spatiale en fonction de l'amplitude présente un maximum assez flou (voire un palier très large pour les bonnes qualités du gaz).

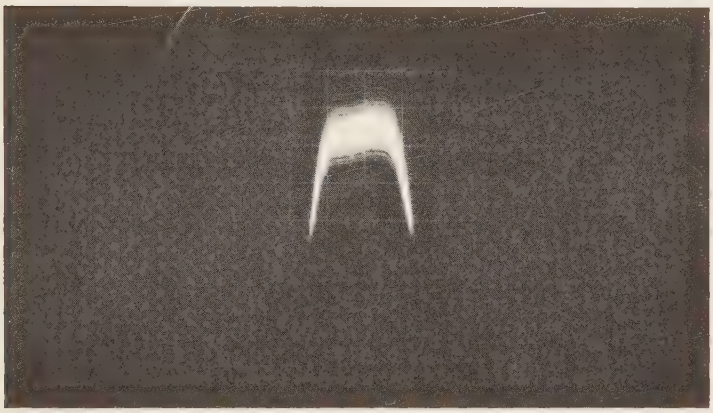


FIG.30

C H A P I T R E 3

APPLICATIONS AUX MESURES DE DIFFUSION ET DE DIFFRACTION DES RAYONS x.

Introduction.

La majorité des expériences de diffusion ou de diffraction des rayons X aux petits angles exigent des temps de mesure très longs lorsqu'on utilise les méthodes de détection classiques; par films ou compteurs mobiles. Ceci rend par exemple les mesures de cinétique impossibles.

Le détecteur à localisation va permettre de réduire considérablement le temps d'exposition. Si on le compare à un compteur mobile d'efficacité équivalente, le gain vient du fait que l'on peut mesurer simultanément tous les angles. Le facteur de gain est la résolution spatiale du compteur

$$\frac{\Delta L}{L} = Rs$$

soit en pratique pour un compteur de 50 mm de longueur et de 0,2 mm de résolution spatiale un facteur de 250.

Pour la comparaison avec les films nous devons connaître la relation entre la densité optique et le nombre de rayons X absorbés au mm^2 d'après ARNDT (6) 10^6 rayons X au mm^2 donnent une densité optique de 1. Pour être mesurable la densité optique doit être supérieure à 0,1 (au dessous de ce chiffre l'information ne sort pas du bruit de fond). Donc une raie de surface 0,2 mm x 5 mm doit représenter au moins 10^5 rayons X absorbés pour être mesurable avec une précision de 3 %. Avec le compteur, 10^5 rayons X détectés donnent une précision statistique de 0,3 %, c'est à dire que pour une précision équivalente il faut 100 fois moins de temps d'exposition.

Les compteurs que nous avons développés pour ce type d'application ont une longueur (L) de 60 mm, une hauteur (h) de 10 mm et une profondeur (p) de 4 à 6 mm (d'autres dimensions peuvent être réalisées) pour la cellule

de détection. Les dimensions "hors tout" du détecteur avec préamplificateurs incorporés sont de 104 x 40 x 40 mm (fig.31) nous distinguons sur la figure du haut la cellule de détection. La (fig.32) montre la courbe de linéarité intégrale qui est excellente pour les petits compteurs (L = 60 mm) de l'ordre de I %.

La (fig.33) donne la résolution spatiale (Rs) du système défini comme étant la largeur à I/2 hauteur d'une raie de localisation, elle est de 160 μm , ou pour un compteur situé à 25 cm de l'échantillon la résolution angulaire est de 2/100 de degré θ , ceci à $3I0^5$ coups/s. ajoutons que la précision de mesure sur le sommet d'une raie est de $\pm$ 10 μ m. Cette résolution est une résolution globale mesurée avec une largeur de faisceau (l) de 100 μ m (ce qui correspond au cas pratique de raies de diffraction). La contribution de l'électronique mesurée (Rel) étant de 50 μ m ceci nous permet de définir la résolution propre du compteur (Rc) comme suit :

$$Rs^2 = Rc^2 + Rel^2 + l^2$$

$$Rc^2 = 160^2 - (50^2 + 100^2)$$

$$Rc = 140\ \mu m$$

La résolution spatiale a été déterminée comme nous l'avons précisé avec un faisceau normal à la fenêtre d'entrée du détecteur.

Si le faisceau incident n'est pas normal au compteur ceci provoque du fait de sa profondeur (p) un élargissement de la raie de localisation, mais notons aussi que l'efficacité du compteur croît avec (p). La (fig.34) donne l'efficacité du compteur à un faisceau de rayons X de I,54 Å de longueur d'onde pour différentes valeurs de (p) et différents gaz (Argon, Krypton, Xenon). Cette figure doit permettre la détermination préalable, pour un maximum d'efficacité, de la profondeur du compteur en fonction de l'incertitude tolérée pour l'angle d'incidence maximum des rayons X sur le compteur (incertitude dûe à l'élargissement de la raie de localisation) (fig.35). Cette incertitude étant proportionnelle à :

$$p \cot \theta$$

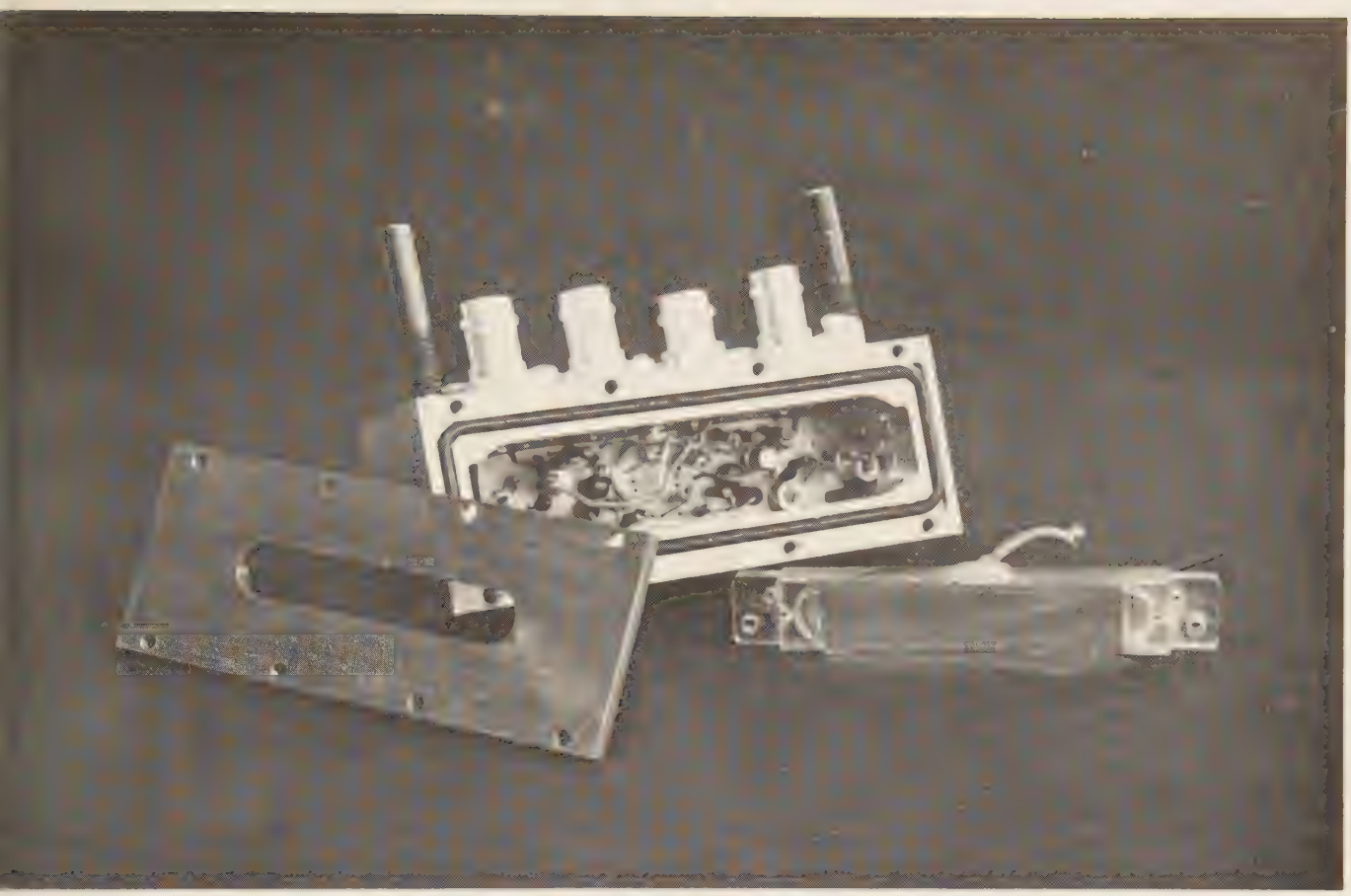


FIG. 31

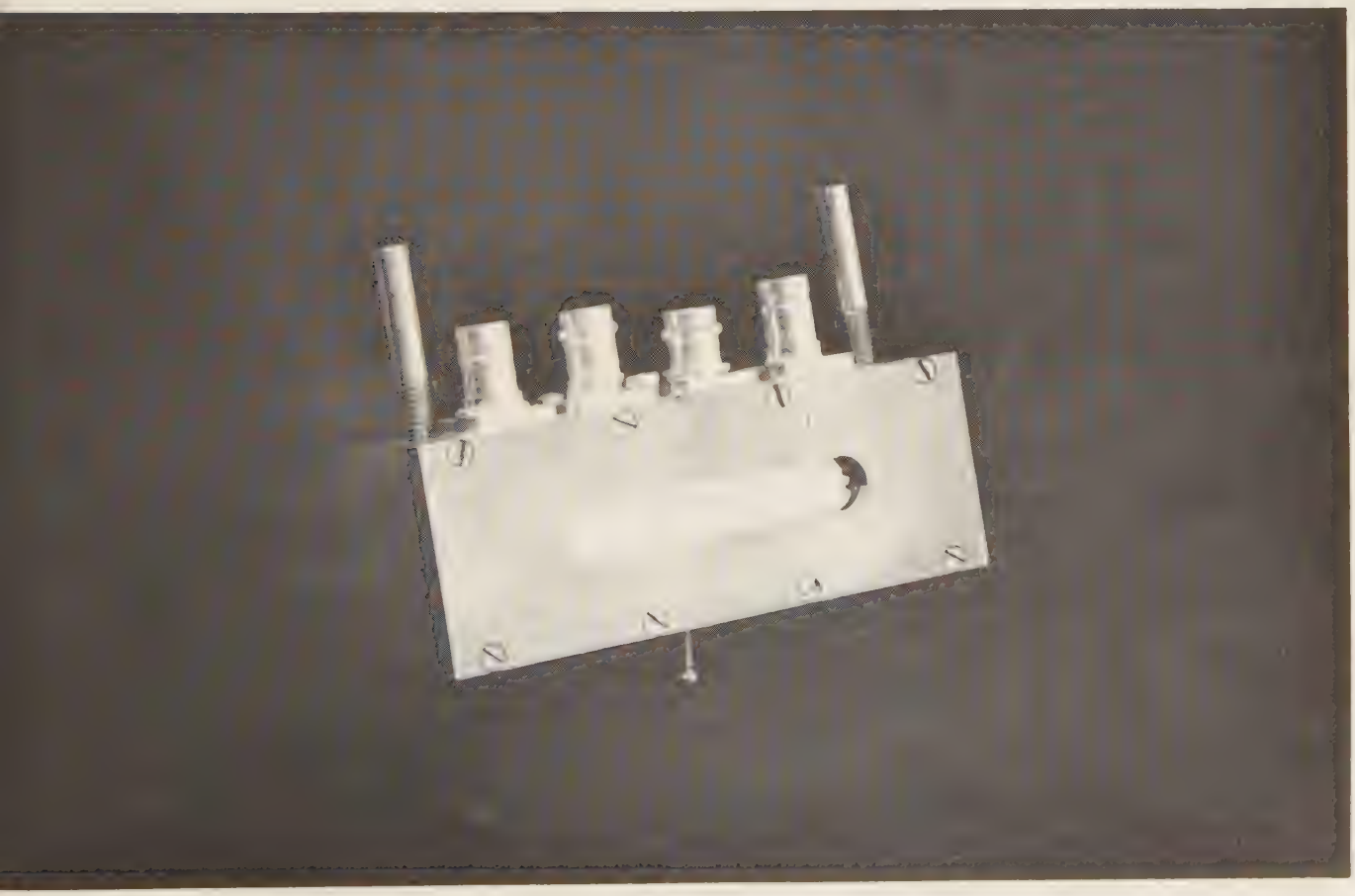


FIG.32

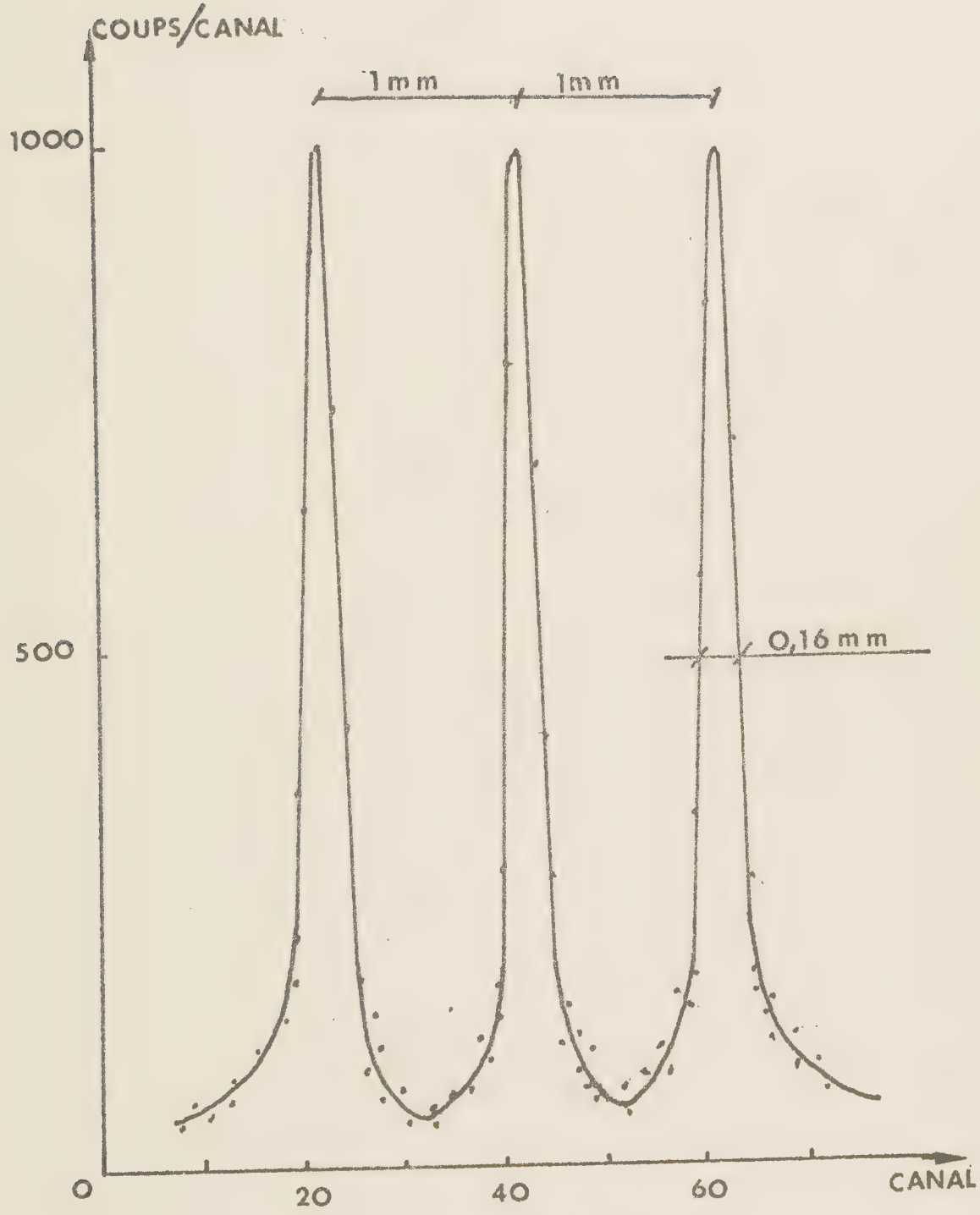


FIG.33

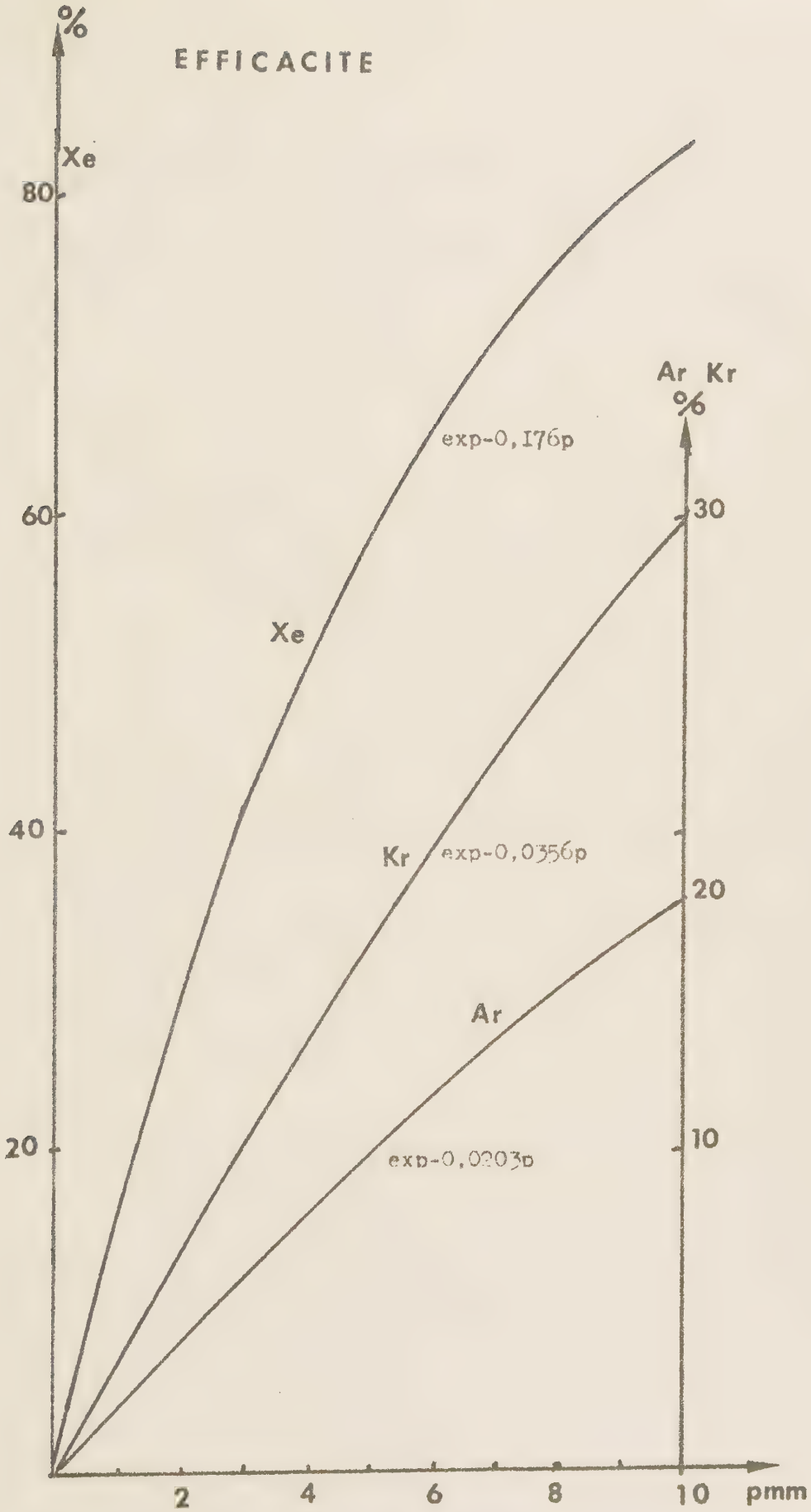

%
EFFICACITE
Xe
80
60
40
20
Xe
exp-0,176p
Ar Kr
%
30
20
10
Kr
exp-0,0356p
Ar
exp-0,0203p
2
4
6
8
10
pmm

FIG.34

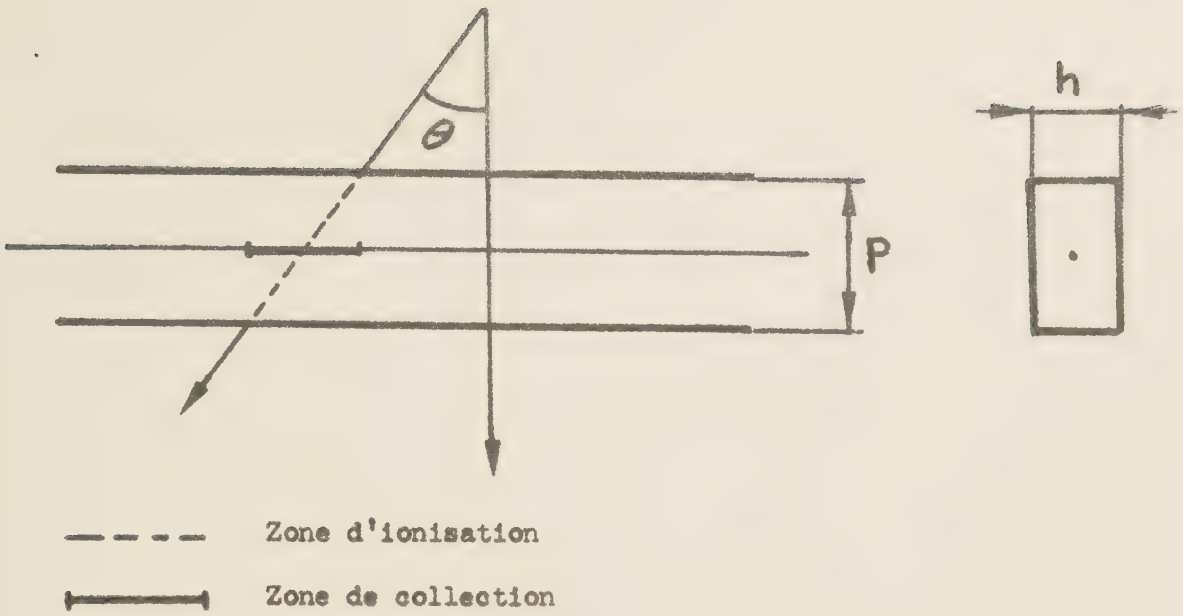


FIG.35

La constante de temps RC des amplificateurs pour ces compteurs de 60 mm de longueur est de 0,4 μ s. Cette constante de temps ayant été optimisée expérimentalement.

Notons aussi que le temps de montée des impulsions à la sortie des préamplificateurs pour ce type de compteur, varie de 0,I à I μ s suivant l'abscisse de l'évènement ionisant.

Mélange gazeux.

Tous les compteurs que nous avons réalisés pour ce type d'application sont à flux gazeux. Nous avons utilisé pour la mise au point un mélange classique Argon 90 % Méthane I0 %. La (fig.36) donne la résolution en énergie d'un compteur à localisation, notons que cette courbe est absolument analogue à celle obtenue avec un fil métallique classique. La raie à 5,9 Kev est la raie d'échappement de l'Argon gaz de remplissage du détecteur.

La (fig.37) montre la courbe du coefficient d'absorption massique Z en fonction du numéro atomique de l'élément ionisé pour une longueur d'onde de I,54 A.

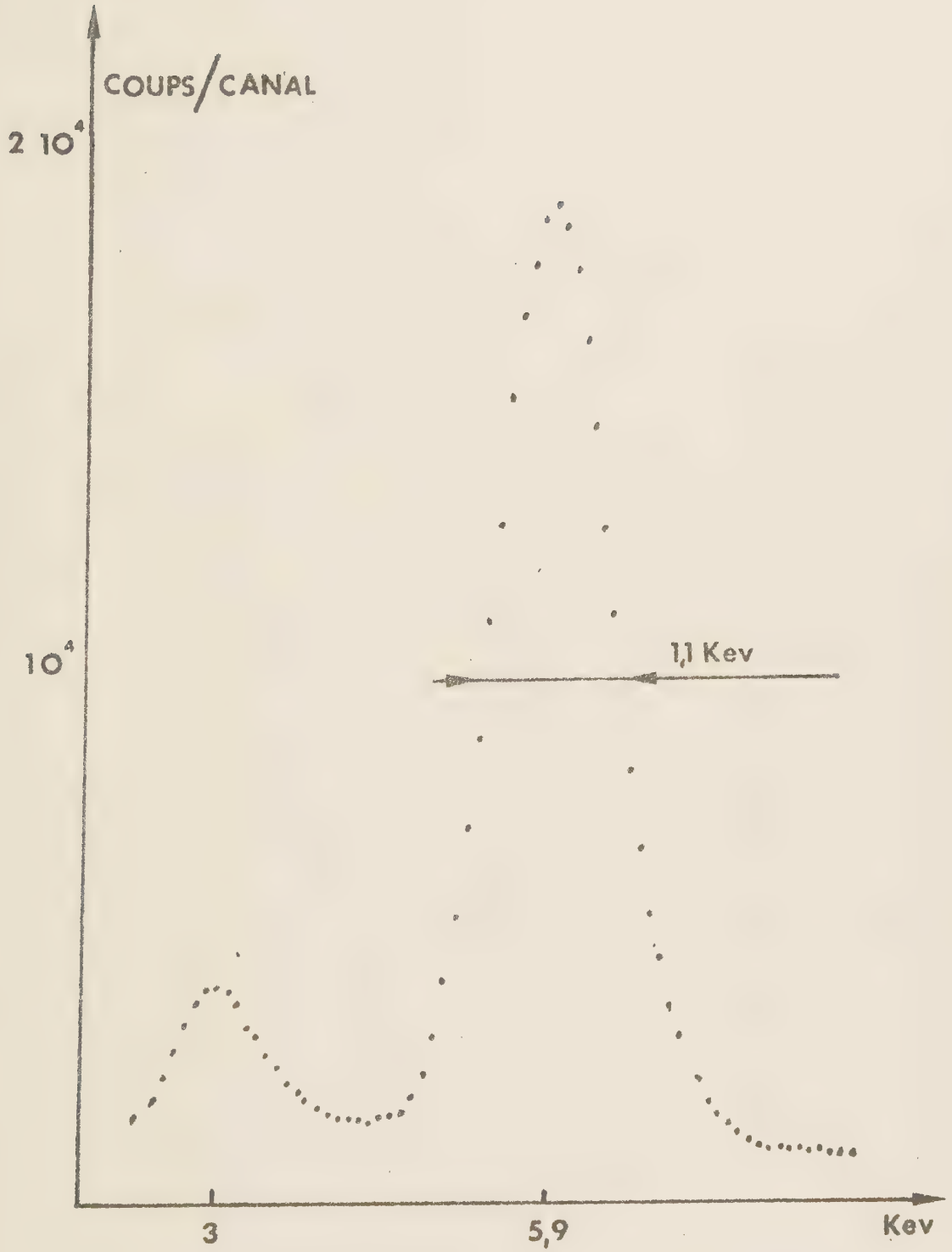
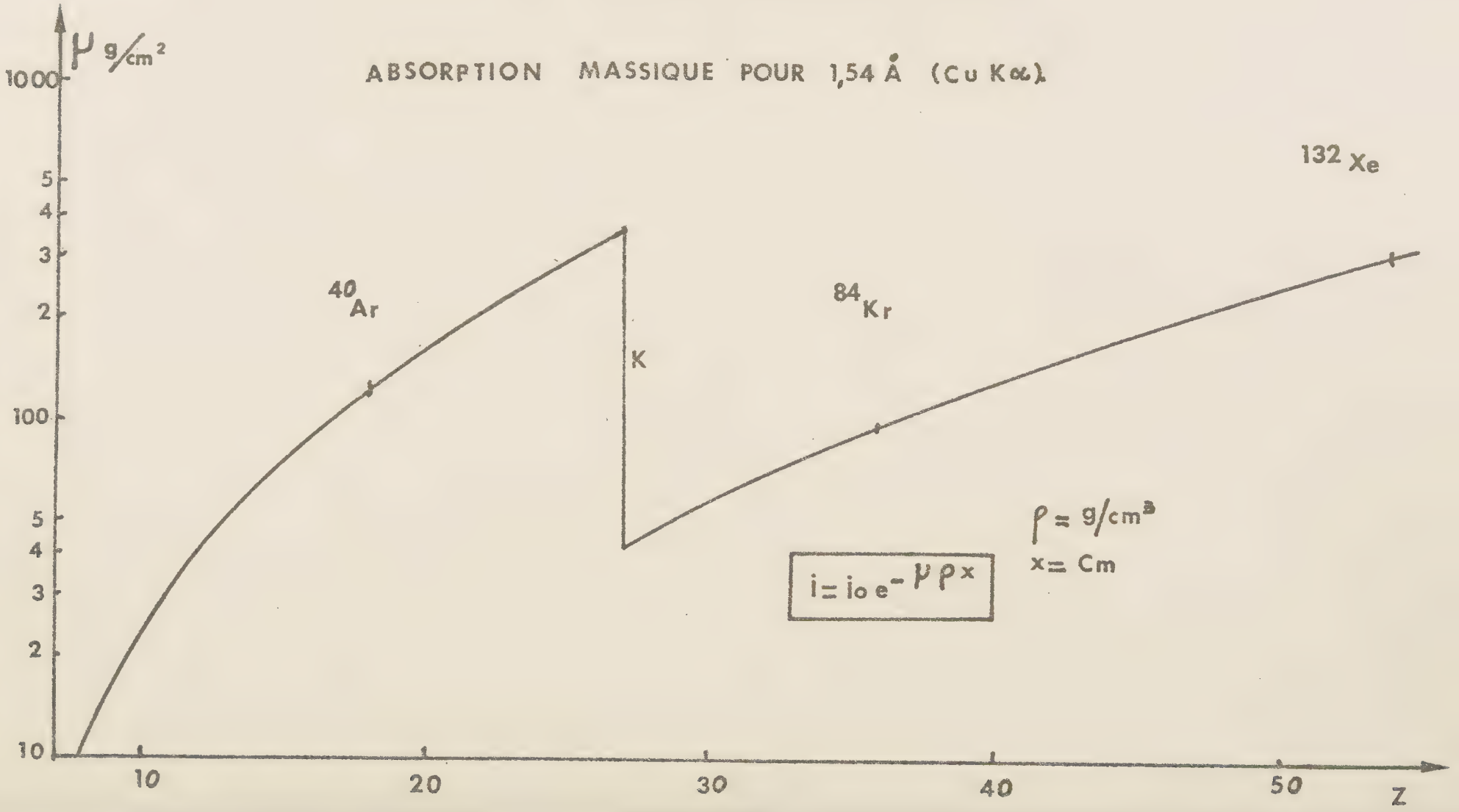


FIG.36

FIG.37


μ g/cm²
ABSORPTION MASSIQUE POUR 1,54 Å (Cu Kα)
1000
5
4
3
2
100
5
4
3
2
10
40Ar
K
84Kr
132Xe
ρ = g/cm³
x = Cm
i = io e^-μρx
10
20
30
40
50
Z

Dans ce type de compteur, la résolution spatiale RC est pratiquement dûe à la largeur de l'avalanche gazeuse au niveau du fil (voir chapitre I page 2). Nous avons fait varier les pourcentages des gaz en présence et nous avons mis en évidence que le mélange Argon 80 % et Méthane 20 % donnait une résolution (Rs) un peu meilleure soit I40 μm. L'optimisation de ce mélange ne présente cependant pas un grand intérêt étant donné la faible efficacité de l'Argon aux rayons X.

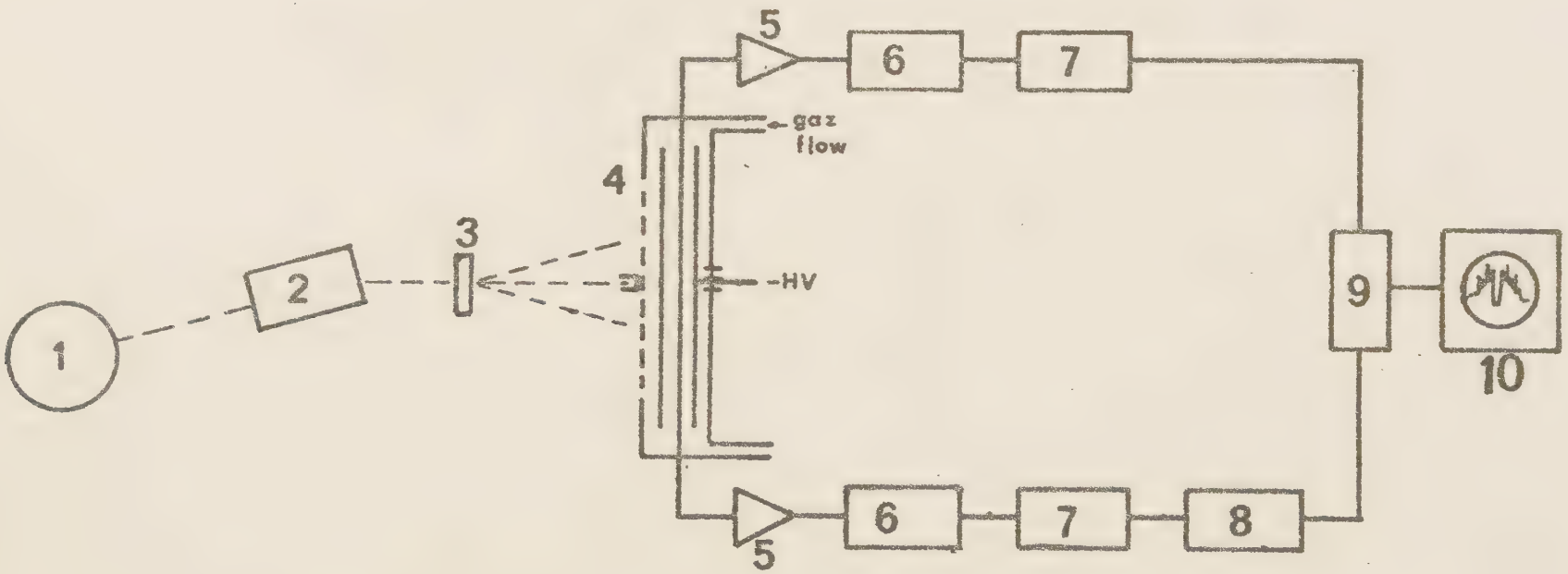
Il serait préférable de faire cette étude avec du Xenon où l'efficacité est 5 fois supérieure, mais son prix élevé ne nous a pas permis jusqu'à ce jour des essais systématiques.

Le détecteur est cependant utilisé couramment pour des expériences de diffraction avec un mélange Xenon 90 % Méthane I0 % (7)

La (fig.38) décrit l'instrumentation nécessaire pour la réalisation d'expériences de diffusion centrale ou de diffraction aux petits angles. Le générateur de rayons X est tout à fait classique (30 Kv. 20 mA.).

La (fig.39) montre un exemple de diffusion centrale de rayons X réalisé sur une suspension de grains de Cobalt (de diamètre 75 Å) (8), dans du Toluene. Nous distinguons nettement le puit, ainsi que le spectre de rayons X diffusé par l'échantillon, la courbe du bas a été faite dans les mêmes conditions expérimentales, mais en l'absence d'échantillon. L'information vraie étant contenue dans la différence de deux spectres (corrigé du facteur d'absorption de l'échantillon) opération pouvant être effectuée "en ligne" par un petit ordinateur. Remarquons que ces spectres ont pu être extrèmement dilatés grace à l'emploi judicieux du circuit à retard (8), ce circuit permettant d'utiliser dans ce cas qu'une petite fraction du détecteur, tout en stockant les données sur l'ensemble des "mémoires" de notre système d'analyse, permettant ainsi une excellente définition (nombre de mémoires par élément de résolution du détecteur).

FIG.38



I Générateur - 2 Monochromateur - 3 Echantillon - 4 Détecteur - 5 Préamplificateur - 6 Amplificateur - 7 Détecteur de passage à zéro - 8 Retard - 9 Sélecteur temps amplitude - IO Sélecteur multicanaux

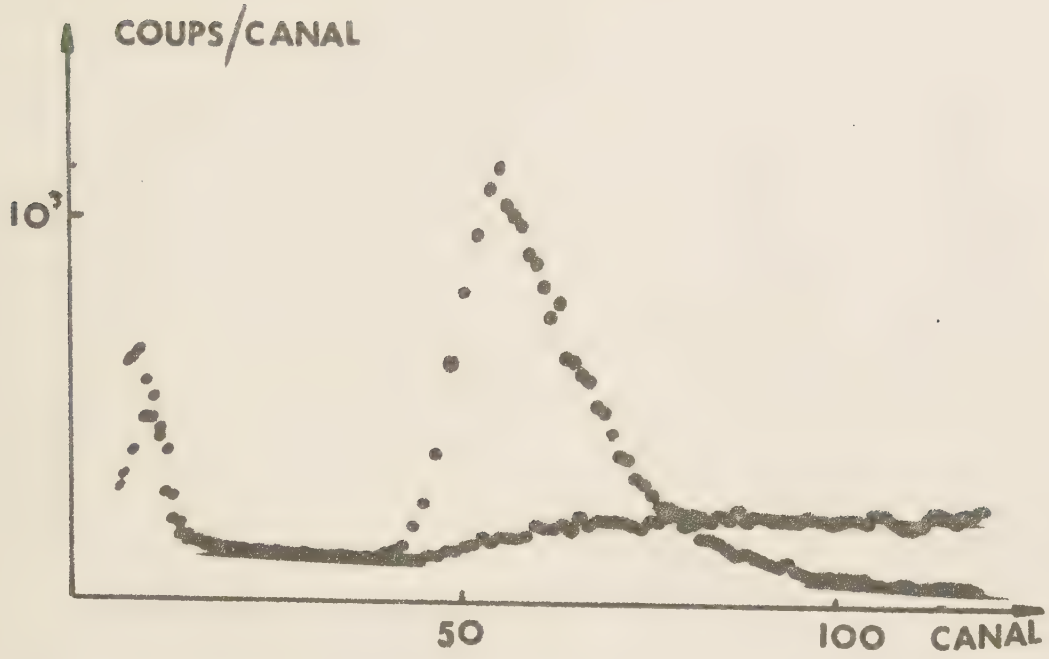


FIG.39

Signalons que Y. DUPONT (9) a utilisé ce système auprès de l'accélérateur de Hambourg (DESY) en utilisant le rayonnement synchroton comme source de rayons X.

La publication suivante est une expérience, réalisée au Centre de Génétique Moléculaire de Gif/Yvette, Laboratoire de Mr. V. LUZZATI, illustrant l'utilisation du compteur dans les expériences de diffraction aux petits angles.

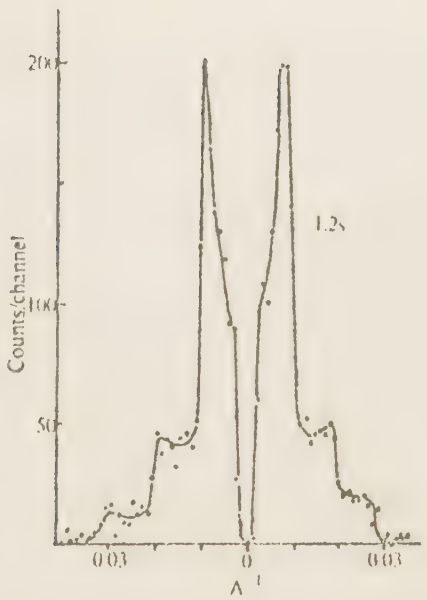


Fig. 1 Small angle X-ray diffraction of a phosphatidic acid–lysozyme–water phase, displaying a long range organization of the lamellar type with repeat distances of 97 Å. The counter is 6 cm long, with a vertical aperture of 8 mm and a thickness of 6 mm, filled with xenon at one atmosphere. The quantum efficiency is 60%. The X-ray source is a copper tube operated at 30 kV, 20 mA. The beam is focused by a bent gold plated glass mirror. The distance between the sample and the counter is 25 cm. The spectrum was obtained in 1.2 s.

Use of a New Detector for X-ray Diffraction and Kinetics of the Ordering of the Lipids in *E. coli* Membranes and Model Systems

ALTHOUGH X-ray diffraction is the most powerful tool for the direct determination of structural parameters, long exposure times limit its use. Using a new detector we have been able to shorten the exposure times by several orders of magnitude, thus allowing study of unstable samples and of the kinetics of structural transitions. We have applied this technique to biological membranes and model systems.

The new counter (to be described in detail elsewhere) is a linear, position sensitive proportional counter developed from designs by Borkowski and Coop[1]. The anode is a high resistance wire parallel to the entrance window, and the position of an electron pulse can be located with an accuracy of 0.2 mm over a length of 20 cm, by using the difference in integration of the pulse as it reaches the two ends of the wire. A pulse shape analysis circuit converts the shape difference to a time difference, which is subsequently converted to a voltage amplitude scale. The output is connected to a multichannel analyser, and, on the memory display, the intensity spectrum of the scattered X-rays can be followed during collection. Counting rates of up to 2.0×10^4 c.p.s. can be obtained without loss of spatial resolution. Counting losses are uniform over the whole spectrum, thus changing only the normalization. In our case the losses were caused by the multichannel analyser.

Spectra obtained with lipid water systems, lipid protein-water systems and *E. coli* membrane vesicles are shown in Figs. 1 and 2. The times needed to obtain these spectra are about two orders of magnitude less than those involved if

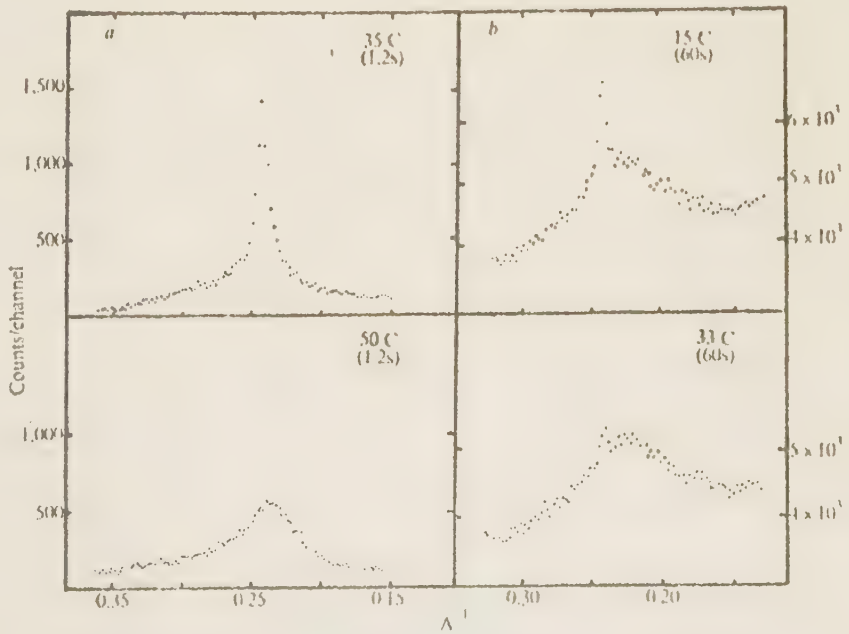


Fig. 2 High angle X-ray diffraction of dipalmitoyl lecithin–water lamellar phase (*a*) and *E. coli* membrane vesicles (*b*) at temperatures above and below the order–disorder transition of the paraffin chains. The membrane vesicles were prepared according to Kaback[9]. The X-ray source and the counter are the same as in Fig. 1. The X-ray beam is focused with a bent quartz monochromator. The distance between the sample and the counter is 10 cm.

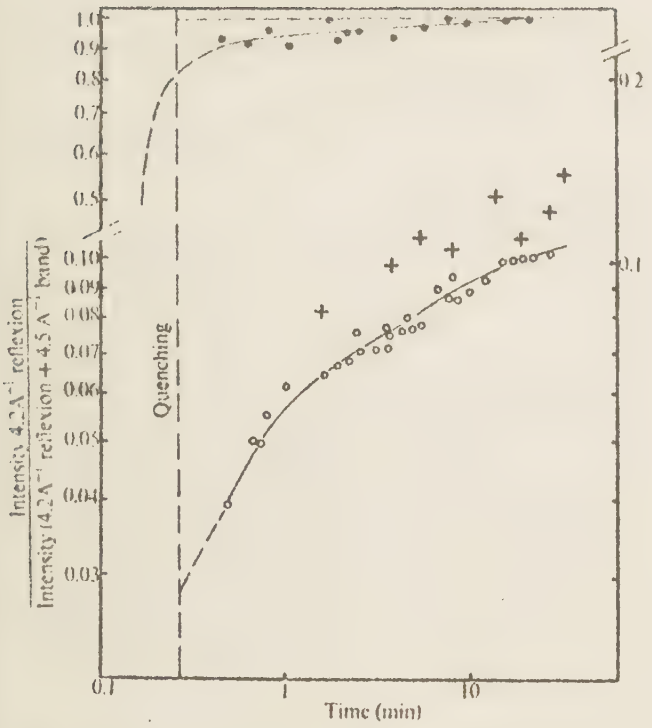


Fig. 3 Kinetics of the disorder→order transition of the paraffin chains of the lipids in: ○, lamellar phase of a phosphatidic acid–lysozyme–water system displaying hydrophic lipid–protein interactions[8]; +, *E. coli* membrane vesicles; ●, phosphatidic acid–water lamellar phase. The samples, 1 mm thick, mounted in a tight holder between two thin beryllium plates, are first allowed to equilibrate for 30 min, 10° C above the transition temperature, and then quenched in water for 15 s, 10° C below the transition temperature, and are placed in the X-ray beam in the sample holder set at the quenching temperature. The measurements start 30 s after the start of the quenching. For the model systems the first four measurements last 6 s and are spaced by 1 s; for the *E. coli* membrane vesicles longer exposure times have been used. After 4 measurements, 30 s were needed to record the spectra on a digital plotter.

conventional film methods are used, owing to the absence of the chemical background of the film. Two additional features should be mentioned; first, that the information is seen as it is being collected, and second, successive spectra can be routed electronically to different parts of the memory.

Previous studies carried out have revealed the existence of order–disorder transitions in the paraffin chain region in some lipid–protein–water systems (L. Mateu, to be published) and in *E. coli* membrane vesicles[2,3]. The new counter made it possible to follow the kinetics of the transitions, and, in some cases, to reveal the existence of hysteresis. Little is known about these transitions in biological membranes. Although it seems that under physiological conditions the paraffin chains are disordered, and that a transition to the ordered state inhibits the physiological activities[2–4], it has been suggested that in some instances a local transition in the organization of the paraffin chains might play a physiological role[5,6].

The kinetics of the disorder→order transition are shown in Fig. 3. The degree of organization of the paraffin chains is measured by an operational parameter, the ratio of the intensity of the 4.2 A^{-1} reflexion over the total intensity of both the 4.2 A^{-1} reflexion and the 4.5 A^{-1} band[7]. The transition is too rapid to be followed in homogeneous synthetic lipids; it is somewhat slower in heterogeneous natural lipids, and surprisingly slow in the lipid–protein–water system. The kinetics of the transition in *E. coli* membrane vesicles is similar to that of the lipid–protein–water system. The reverse transition, namely the melting of the chains induced by a rise of temperature, is completed within a few seconds and could not be followed. In order to explain the observed kinetics, it is reasonable to assume that the disorder→order transition, contrary to the order→disorder one, involves, in systems containing heterogeneous lipids, a segregation of the lipids according to the type of the paraffin chains. The fact that the diffusion is much slower in the protein–lipid water systems and *E. coli* membrane vesicles than in lipid water systems containing heterogeneous lipids indicates that the proteins strongly hinder the diffusion of the lipids. We checked that this was also true above the transition temperature; when all the paraffin chains were melted, a cold lipid–protein–water sample was heated 10° C above the transition temperature for only 15 s and then quenched; the kinetics of the ordering proceeds faster under these conditions than when the sample has been allowed to equilibrate a long time at high temperature before quenching. This indicates that after 15 s in the melted state the lipids are not yet fully randomized within the phase. The only data relating to the lateral diffusion of lipids reported in the literature concern liposomes. By electron spin resonance, a value of 10^{-7} s has been measured for the exchange frequency between two neighbouring lipids (P. Devaux and R. M. McConnel, private communication). Such a value should give a complete randomization of the lipids within the phase in a few seconds, which is not what we observe in the lipid–protein–water system. It confirms that in this system, and in *E. coli* membrane vesicles, the diffusion of the lipids is considerably slower than in liposomes.

The other set of experiments on the same systems deals with the order–disorder transition followed in a static way as a function of temperature. The data are shown in Fig. 4. Significant hysteresis was observed for the lipid–protein–water system and for *E. coli* membrane vesicles, whereas the hysteresis was much smaller in the natural heterogeneous lipid–water system. The complete hysteresis cycle was described at least twice in each sample.

The properties of the new counter illustrated here should allow numerous applications in the biological field, especially in the case of naturally ordered material under different physiological conditions, that is, retina and muscle.

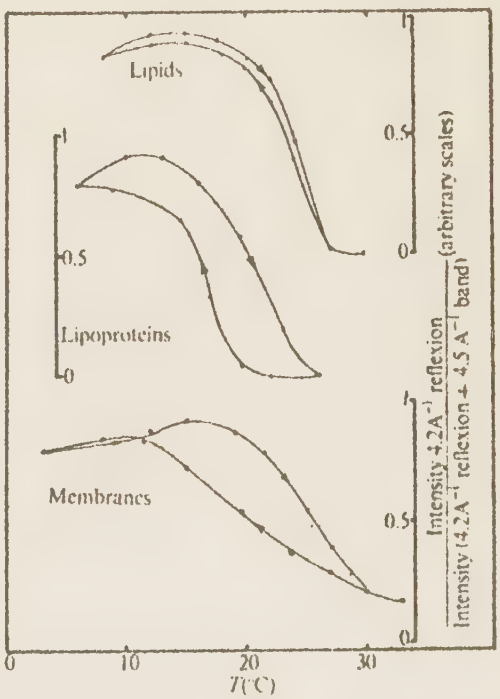


Fig. 4 Hysteresis of the order–disorder transition of the paraffin chains as a function of temperature, for the same samples as in Fig. 3. The time between two successive measurements was 7 min, and the temperature steps 4° C. Longer delays were added at the highest and the lowest temperatures.

We thank Dr V. Luzzati for discussion and Dr L. Mateu for communication of his unpublished data.

YVES DUPONT
ANDRÉ GABRIEL

Institut des Sciences Nucléaires, Cedex 257, Grenoble

MARC CHABRE
T. GULIK-KRZYWICKI
EMANUEL SCHECHTER

Centre de Génétique Moléculaire, CNRS, Gif sur Yvette

Received February 28; revised April 7, 1972.

[1] Borkowski, C. J., and Coop, K., *Rev. Sci. Inst.*, **39**, 1515 (1968).
[2] Esfahani, M., Limbrick, A. M., Knutton, S., Oka, T., and Wakil, S. J., *Proc. US Nat. Acad. Sci.*, **68**, 3180 (1971).
[3] Shechter, E., Gulik-Krzywicki, T., and Kaback, H. R., *Biochim. Biophys. Acta*, **274**, 466 (1972).
[4] Engelman, D. M., *J. Mol. Biol.*, **47**, 115 (1970).
[5] Luzzati, V., Reiss-Husson, F., Rivas, E., and Gulik-Krzywicki, T., *Ann. New York Acad. Sci.*, **137**, 409 (1966).
[6] Trauble, H., *Naturwissenschaften*, **58**, 277 (1971).
[7] Luzzati, V., *Biological Membranes* (edit. by Chapman, D.) (Academic Press, New York, 1968).
[8] Gulik-Krzywicki, T., Shechter, E., Luzzati, V., and Faure, M., *Nature*, **223**, 1116 (1969).
[9] Kaback, H. R., *Ann. Rev. Biochem.*, **39**, 561 (1970).

C H A P I T R E 4

APPLICATION A LA DIFFUSION DES NEUTRONS THERMIQUES.

Introduction.

La diffusion de neutrons thermiques sur la matière, présente un très grand intérêt (IO), mais pose au niveau de la détection et de la localisation des neutrons diffusés, de gros problèmes lors de l'utilisation des compteurs à gaz. En effet le gaz utilisé est le plus souvent du Trifluorure de Bore (BF_3) qui est extrèmement réactif.

Les réactions nucléaires lors de l'interaction d'un neutron avec un atome de Bore 10 sont les suivantes :

$$^{10}B + n \longrightarrow \alpha + {}^{7}Li + 2{,}79 \text{ Mev } 6\%$$

$$\longrightarrow \alpha + {}^{7}Li^{+} + 2{,}3 \text{ Mev } 94\%$$

$$\longrightarrow {}^{7}Li + \gamma + 0{,}48 \text{ Mev}$$

Le parcours au sein du gaz des particules ionisantes (α + Li) est de 5 mm, pour une pression du gaz de remplissage du compteur de I atmosphère. Remarquons que ce parcours est isotropiquement distribué, nous pouvons donc nous attendre à une résolution spatiale meilleure que ce chiffre.

Rappelons que le principe de localisation est lié au traitement purement électronique des impulsions recueillies à chaque extrémité du fil, et ne dépend pas du processus d'interaction de la particule avec le gaz de remplissage.

REALISATION ET TEST.

Comme nous l'avons précisés nous avons dû adopter une technologie très spécifique.

Le compteur est en acier inoxydable comportant une fenêtre d'entrée des particules de I mm d'épaisseur, également en acier inoxydable. La longueur L du détecteur est de 200 mm, sa hauteur h de 20 mm et sa profondeur p de 20 mm. Un traitement spécial de dégazage du compteur a été effectué avant le remplissage gazeux. Notons qu'il ne peut pas être question de flux gazeux, une vanne à soufflet métallique permet éventuellement de changer le gaz. Nous avons effectué des tests à un mois d'intervalle et nous n'avons pas constaté de dégradation du gaz de remplissage.

Avec une pression de I atmosphère de BF_3 comme gaz de remplissage nous avons mesurer une résolution spatiale de2,3 mm.

Un second essai a été effectué avec toujours I atmosphère de BF_3 mais nous avons ajouté I atmosphère d'Argon ., pour limiter le parcours (α+ Li). Nous avons alors mesuré une résolution spatiale de I,4 mm.

Cette résolution spatiale étant défini comme pour les rayons X c'est à dire : largeur à I/2 hauteur d'une raie de localisation.

Les constantes RC des amplificateurs sont de I μs, et le temps de montée maximum de l'impulsion à la sortie du préamplificateur est de 2 μs. Notons que ces caractéristiques sont les mêmes que celles obtenues avec des X (résolution spatiale mise à part).

La fig. 4I montre deux raies pour un déplacement de 4 mm, du compteur par rapport à un faisceau de neutrons, diaphragmé par une fente de 0,7 mm.

La fig. 42 montre des raies de localisation pour un déplacement de compteur de 3 cm en 3 cm avec la même fente que précédemment.

La fig. 43 montre une diffusion de protons (de λ = 2 Å) sur une cible d'alumine cylindrique de I cm de diamètre et de Io cm de hauteur. Nous distinguons nettement les deux raies de diffusion. La largeur de la raie ne peut être inférieure au diamètre de l'échantillon pour un faisceau

de neutrons assez large. Le compteur était situé à 40 cm de l'échantillon.

La fig.40 montre le dispositif expérimental. Nous retrouvons pour le traitement de l'information de localisation le même dispositif que pour les rayons X.

Ce compteur présente aux neutrons une résolution spatiale assez bonne qui doit le rendre particulièrement interessant lors de l'étude de petits échantillons.

I Fente de définition du faisceau - 2 Echantillon - 3 Arrêt du faisceau - 4 Détecteur - 5 Système de traitement des impulsions.

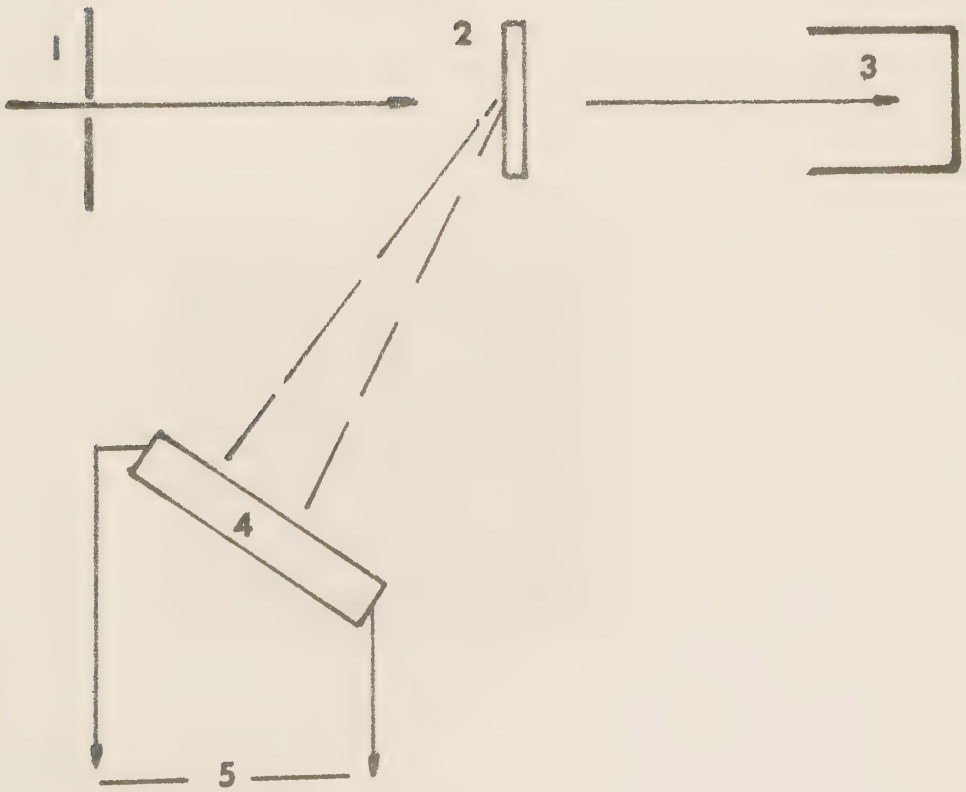


FIG.40

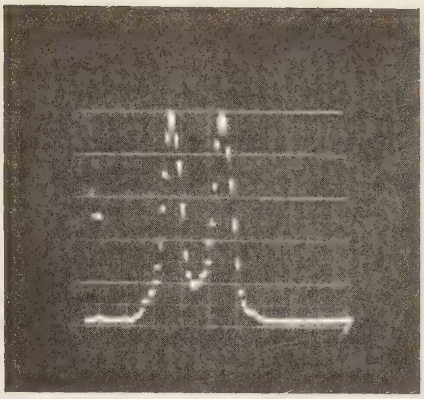


FIG. 41

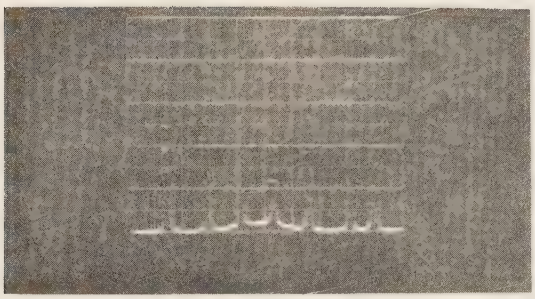


FIG. 42

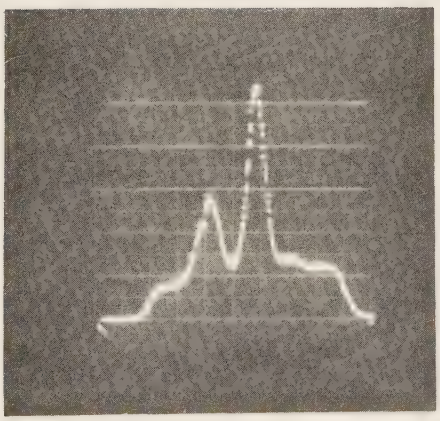


FIG. 43

C H A P I T R E 5

APPLICATION A LA PHYSIQUE DES PARTICULES.

Introduction.

Fluctuation moyenne de la perte d'énergie par ionisation.

Lorsque des particules d'énergie E traversent un milieu matériel de densité faible ou de faible épaisseur elles perdent, par ionisation des atomes, une énergie moyenne ΔE, telle que $\Delta E \ll E$. Le nombre d'atomes ionisés par la particule incidente, subit des fluctuations statistiques représentées par une distribution de Gauss.

Soit une particule perdant une énergie ΔE par ionisation d'atomes dont le potentiel d'ionisation est v_i , le nombre N d'atomes ionisés sera :

$$N = \frac{\Delta E}{v_i}$$

et la fluctuation statistique sera donc égale à $\pm \sqrt{N}$, d'où une erreur relative sur la mesure de :

$$\pm \frac{\sqrt{N}}{N}$$

Pour le système de localisation de particules que nous proposons, le milieu matériel est le gaz de remplissage du détecteur (dans notre cas Argon 90 % Méthane 10 %). Nous ne tiendrons compte dans les calculs qui vont suivre que du potentiel d'ionisation de l'argon qui est de 15,7 ev. Nous nous fixerons, pour des raisons de dynamique du système électronique de traitement de l'impulsion à la sortie du détecteur, une perte d'énergie de 3 kev. Le nombre d'atomes ionisés sera donc :

$$N = \frac{E}{v_i} = \frac{3.10^3}{15,7} \# 200$$

FIG.44

et l'erreur relative sur la mesure de la perte d'énergie moyenne sera de :

$$\pm \frac{\sqrt{N}}{N} = \pm \frac{\sqrt{200}}{200} = 14\ \%$$

La résolution en énergie d'un compteur proportionnel est de 15 à 18 %. Nous voyons que cette valeur est en grande partie dûe au potentiel d'ionisation du milieu détecteur.

Remarque.

Avec n détecteurs en cascades nous améliorons la précision de la mesure de la perte d'énergie d'un facteur $\sqrt{N}$

La distribution de Gauss que nous venons d'utiliser permet le calcul simplifié de la perte moyenne d'énergie ΔE mais ne rend cependant pas compte de la réalité physique et n'est pas en accord avec l'expérimentation. En effet elle ne fait intervenir que les phénomènes d'ionisation des

atomes par les particules incidentes et ne tient pas compte des chocs élastiques (plus rares) particules - atomes qui infligent une dissymétrie à la distribution de Gauss représentant les pertes d'énergie E.

La théorie de Landau rend compte de ce phénomène (12). La fig.44 montre la distribution de la perte d'énergie E. Citons pour mémoire que cette théorie a encore été affinée par Blunck (13) en tenant compte du rayonnement de freinage qui a un effet correctif sur la distribution de Landau. En conclusion nous nous bornerons à la distribution de Landau qui rend compte du phénomène physique avec une très bonne approximation.

RESOLUTION SPATIALE DU DETECTEUR EN FONCTION DE L'ANGLE D'INCIDENCE θ DES PARTICULES.

Récemment T.H. BRAID et S.A. ZAWADSKI (14) ont démontrés que lors du passage d'une particule ionisante au travers d'un gaz les ions formés sont répartis le long de la trajectoire. La densité des ions formée par unité de longueur est soumise à des fluctuations statistiques. Compte tenu du fonctionnement du compteur on peu admettre, en première approximation, que la position donnée par le détecteur est celle du centre de gravité des ions formés, qui est elle aussi (comme la densité) soumise à des fluctuations statistiques. La formule suivante permet de calculer approximativement la longueur (W) de la trace ionisante pour des particules chargées d'énergie comprise entre 5 et 50 Mev et en utilisant de l'Argon comme absorbant.

$$W = \left[K_1 \left(\frac{E}{A} \right)^{1/2} - K_2 \right] \left(\frac{L}{\rho} \right)^{1/2}$$

W en mm

E en Mev

L en cm

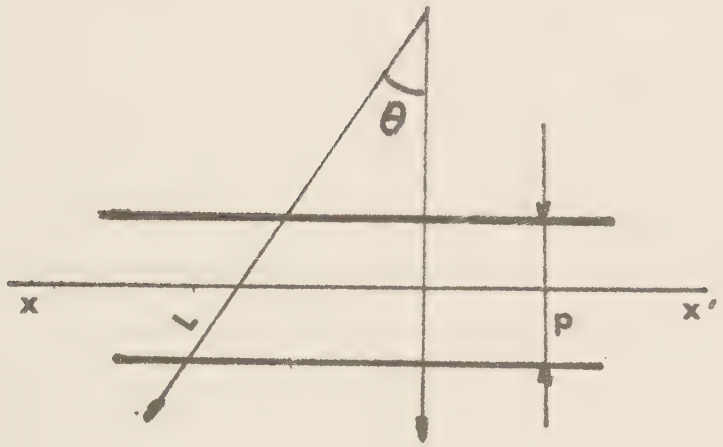
ρ : pression en atmosphère

A : en unité U.M.A.

$K_1 = 0,396$ pour $Z \neq 1$

$K_1 = 0,242$ pour $Z = 2$ $\qquad K_2 = -0,18$

La figure suivante précise ces paramètres.



-Pour ρ = 1 atmosphère

Nous pouvons écrire :

$W = \text{Cste } \sqrt{L}$

Projetons W sur X X'

$Wx = W \sin \theta$

ainsi que $P = \cos \theta \, L$

donc $Wx = \text{Cste } \left(\frac{P}{\cos \theta}\right)^{1/2} \sin \theta$

d'où $Wx = \left[K_1 \left(\frac{E}{A} \right)^{1/2} - K_2 \right] \left(\frac{P}{\cos \theta} \right)^{1/2} \sin \theta$

Application.

En vue de la réalisation de la détection associée au spectromètre à pions installé auprès de la machine de Villigen (S.I.N.) des essais sur faisceau de pions de 350 Mev (voisinage du minimum d'ionisation) (fig.45) ont été réalisés au CERN à Genève derrière le spectromètre installé auprès du cyclosynchrotron (S.C.). Nous disposions pour celà d'un faisceau de grande dimension (II cm de diamètre). Le compteur de 50 cm de longueur utile L, de 36 mm de hauteur h et de I cm de profondeur p était rempli d'un mélange d'Argon (90 %), Méthane (I0 %) sous la pression de une atmosphère. L'étalonnage du compteur a pu être effectué par des coïncidences entre deux scintillateurs plastiques de faible largeur définissant une géométrie beaucoup plus étroite (I0 mm environ) (fig.46). La résolution spatiale du système (scintillateur compteur) a été trouvée approximativement égale à la largeur des scintillateurs utilisés (fig.47). Nous avons pu vérifier que la perte d'énergie au sein du compteur était conforme à la distribution de Landau (fig.48) et l'efficacité était voisine de I. Nous avons mis par ailleurs en évidence la possibilité offerte par ce compteur pour repérer la géométrie d'un faisceau (fig.49).

CARACTERISTIQUES PHYSIQUES DU DETECTEUR.

La linéarité intégrale est donnée par la fig.50. Nous voyons que nous atteignons la zone non linéaire prévue au chapitre 2 page 22 et 23.

La résolution spatiale Rs a été mesurée comme nous l'avons précisé chapitre 2 avec un faisceau de rayons X très étroit (I00 μ m) et a été trouvée égale à 0,5 mm aux extrémités et a 0,4 mm au voisinage du centre (fig.5I

Signalons que pour les grands détecteurs, la résolution en énergie fluctue avec le point de localisation de la particule incidente.

Un taux de comptage de 10^5 coups/s. a pu être obtenu sans détérioration de la résolution spatiale.

Les constantes RC des amplificateurs ont été optimisées expérimentalement à I,6 μs. Le temps de montée maximum de l'impulsion issue des

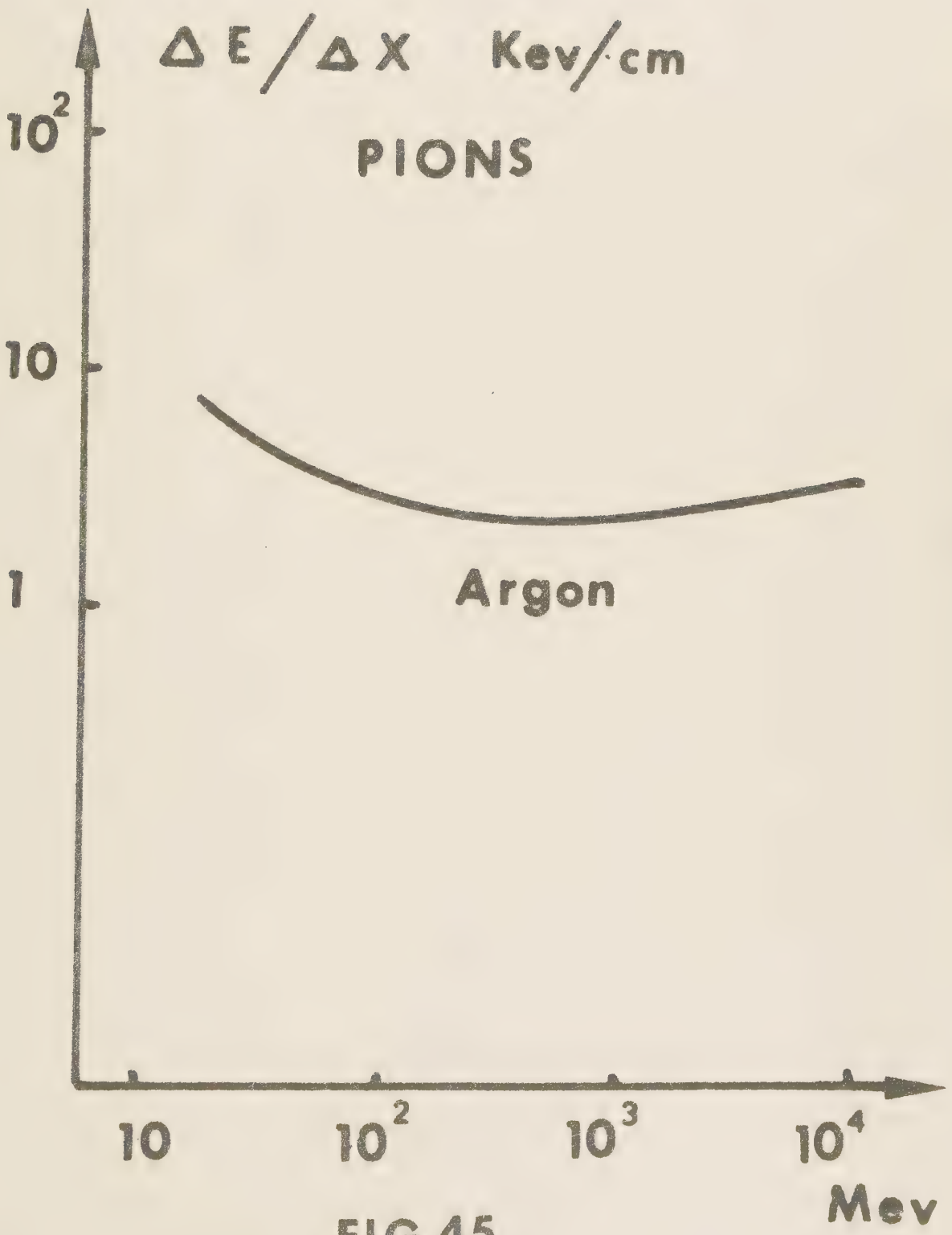
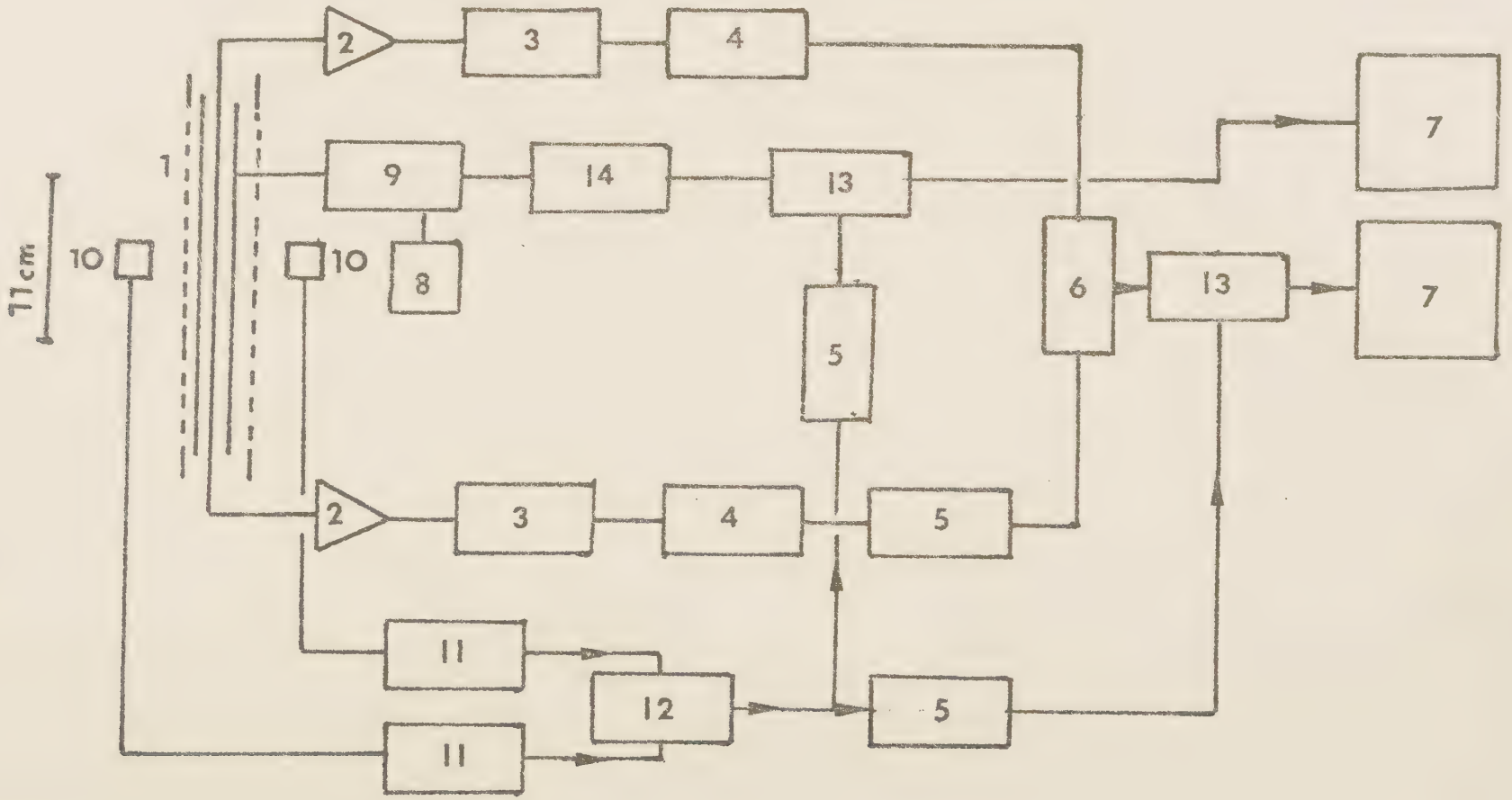


FIG.45

FIG.46

I Détecteur - 2 Préamplificateur - 3 Amplificateur de mise en forme - 4 Détecteur de passage à zéro - 5 Retard - 6 Convertisseur temps-amplitude - 7 Analyseur multicanaux - 8 Haute tension - 9 Préamplificateur de charge - IO Scintillateur + photo multiplicateur - II Discriminateur - I2 Coincidence - I3 Porte linéaire I4 Amplificateur linéaire.



10³ COUPS/CANAL
0,5
0
50
100
CANAL
1 CANAL=3,8 mm

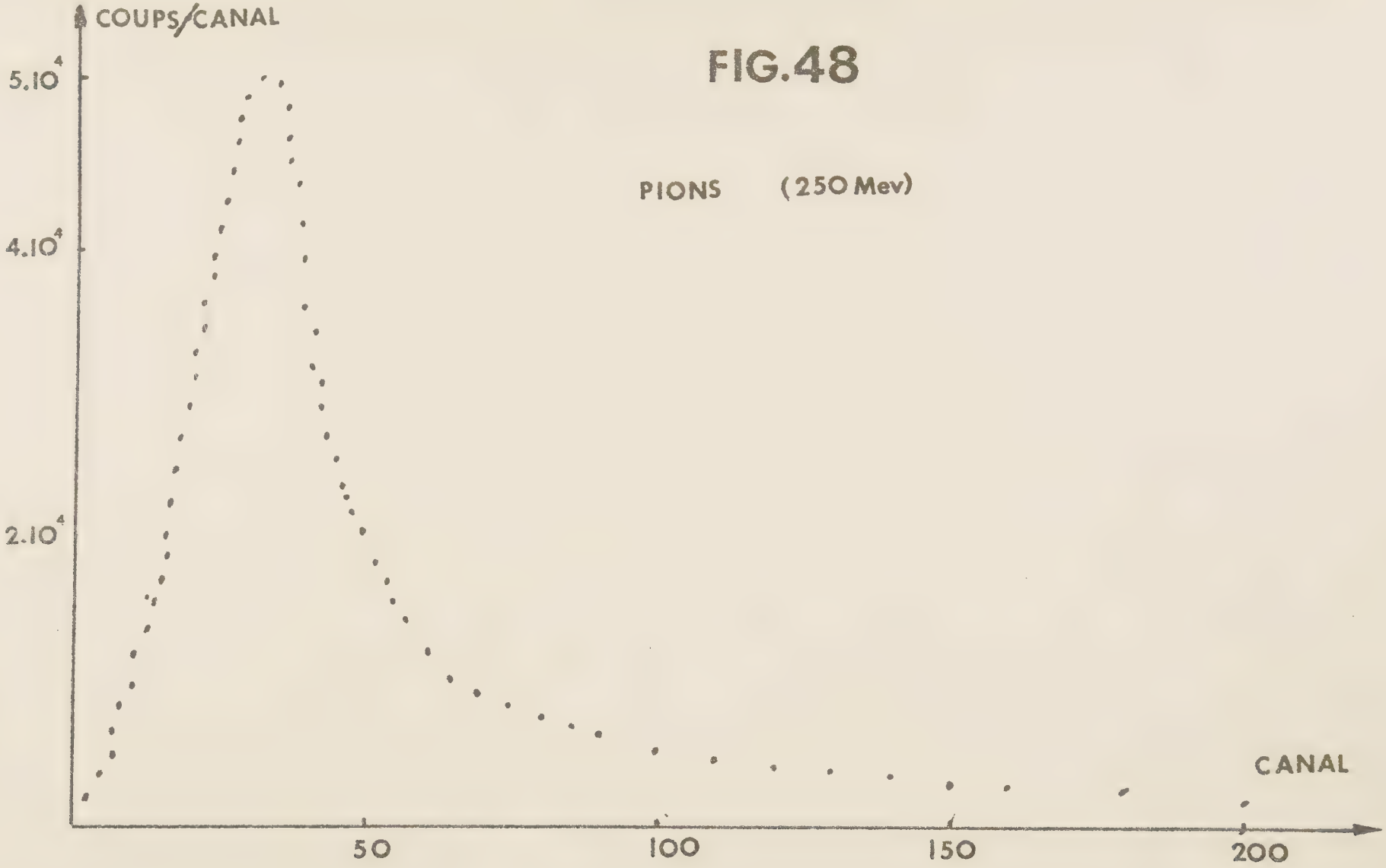
FIG.49

10³ COUPS/CANAL
0,5
0
50
CANAL
11,6mm

FIG.47

FIG.48

PIONS (250 Mev)



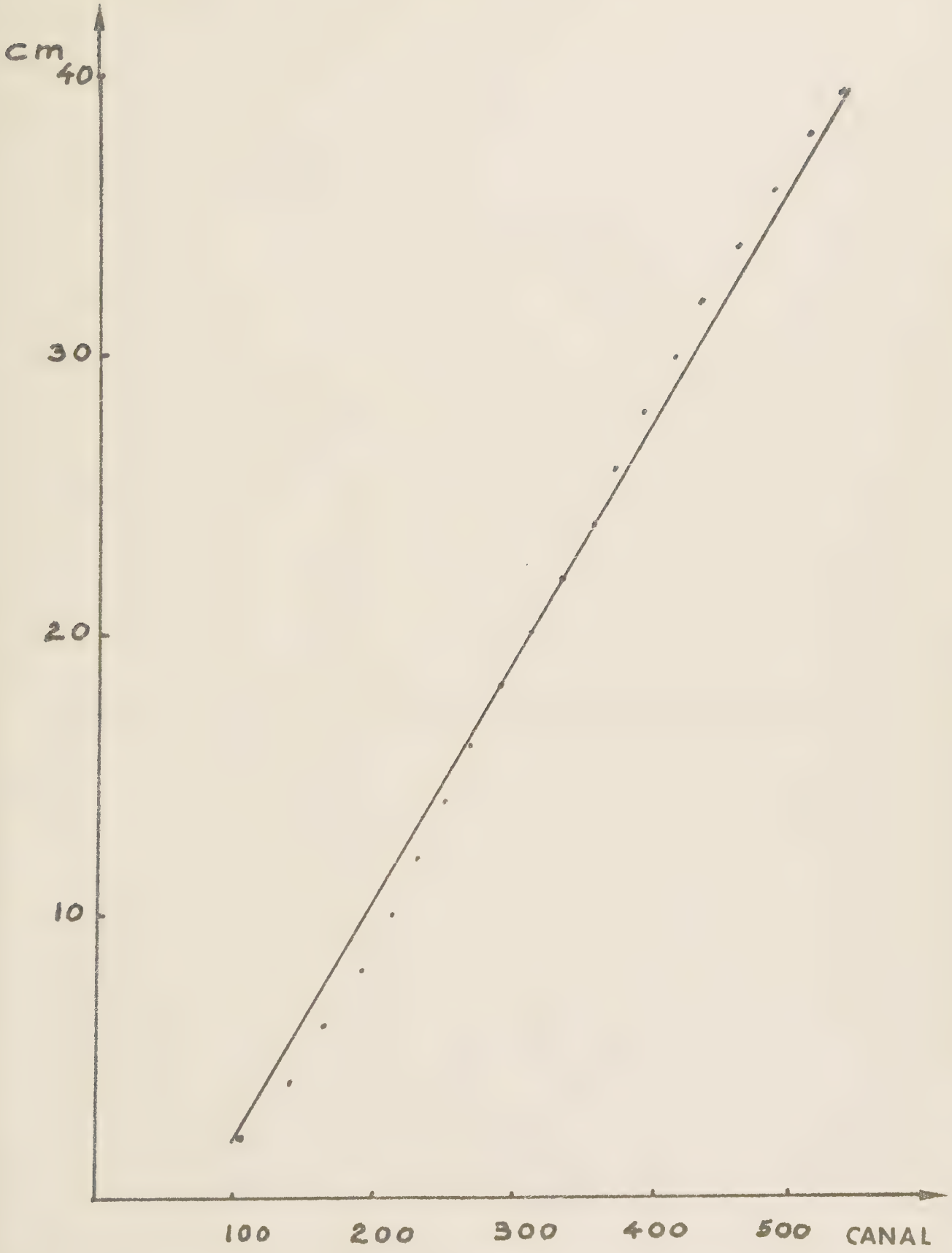


FIG. 50

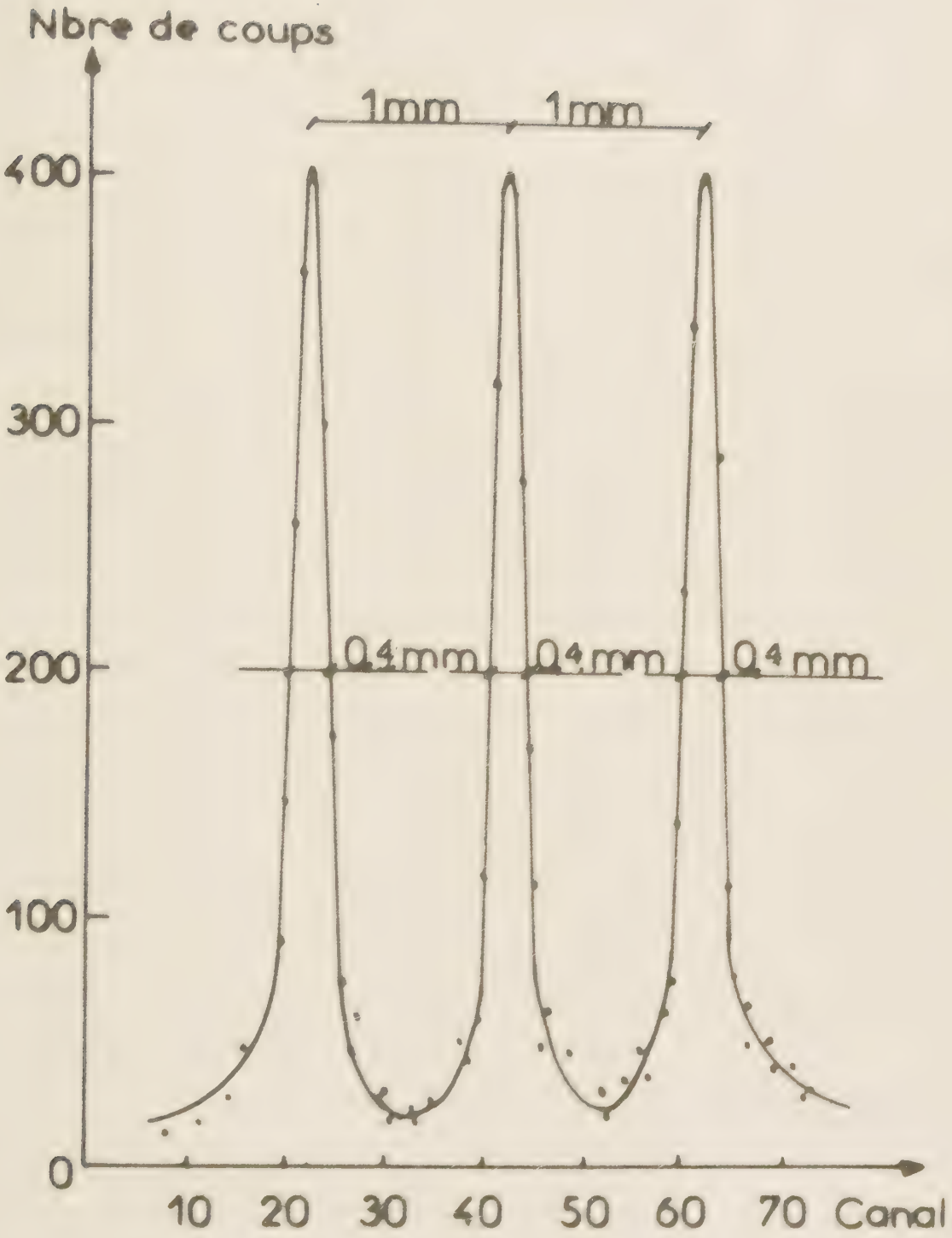

Nbre de coups
1mm
1mm
400
300
200
100
0
0,4mm
0,4mm
0,4mm
10
20
30
40
50
60
70
Canal

FIG. 51

préamplificateurs est de 4 µs. La haute tension appliquée était de I500 V.

En conclusion à ces essais vérifiant les paramètres spécifiques à la machine de Villigen, nous pouvons affirmer que l'utilisation de ce détecteur est envisageable auprès du spectromètre associé à cette machine.

D'autres expériences ont été réalisées pour mettre en évidence les possibilités de ce détecteur dans le domaine de la physique des particules, notamment auprès du spectromètre Besançon de l'I.P.N. d'Orsay.

L'expérience a porté sur des protons de I55 Mev diffusant sur une cible Y^{89}. L'angle d'incidence θ étant de I8° (Fig. 52).

Nous avons utilisé le détecteur décrit précédemment avec le même mélange gazeux et à la même pression. Le seul critère que nous avons respecté, pour les raisons précisées plus haut, est la perte d'énergie dans le détecteur soit:3 kev à 5 kev environ (fig.53).

Cette expérience est particulièrement significative car elle a été réalisée dans une ambiance de bruit de fond (neutrons, γ) très importante. La faible efficacité du détecteur à ce type de particules, nous a permis d'avoir un bon rapport évènements utiles sur bruit de fond.

Le spectre de la figure52 a été obtenu hors du plan focal du spectromètre, celui ci étant occupé par une chambre multifils du type "Charpak" avec laquelle nous avons pu faire des comparaisons pour ce type d'application. Les deux détecteurs étaient en coincidence avec deux scintillateurs permettant l'exclusion d'une grande partie du bruit de fond.

Notons que notre spectre est en tous points équivalent (compte tenu de la défocalisation) à celui obtenu par le détecteur multifils. Précisons que ce détecteur constitué par I00 fils distants de I mm est suivi d'un équipement électronique très lourd. Rappelons que le système de détection que nous proposons comprend un détecteur à 1 seul fil suivi d'une électronique très simple et soulignons la facilité de construction de ce détecteur.

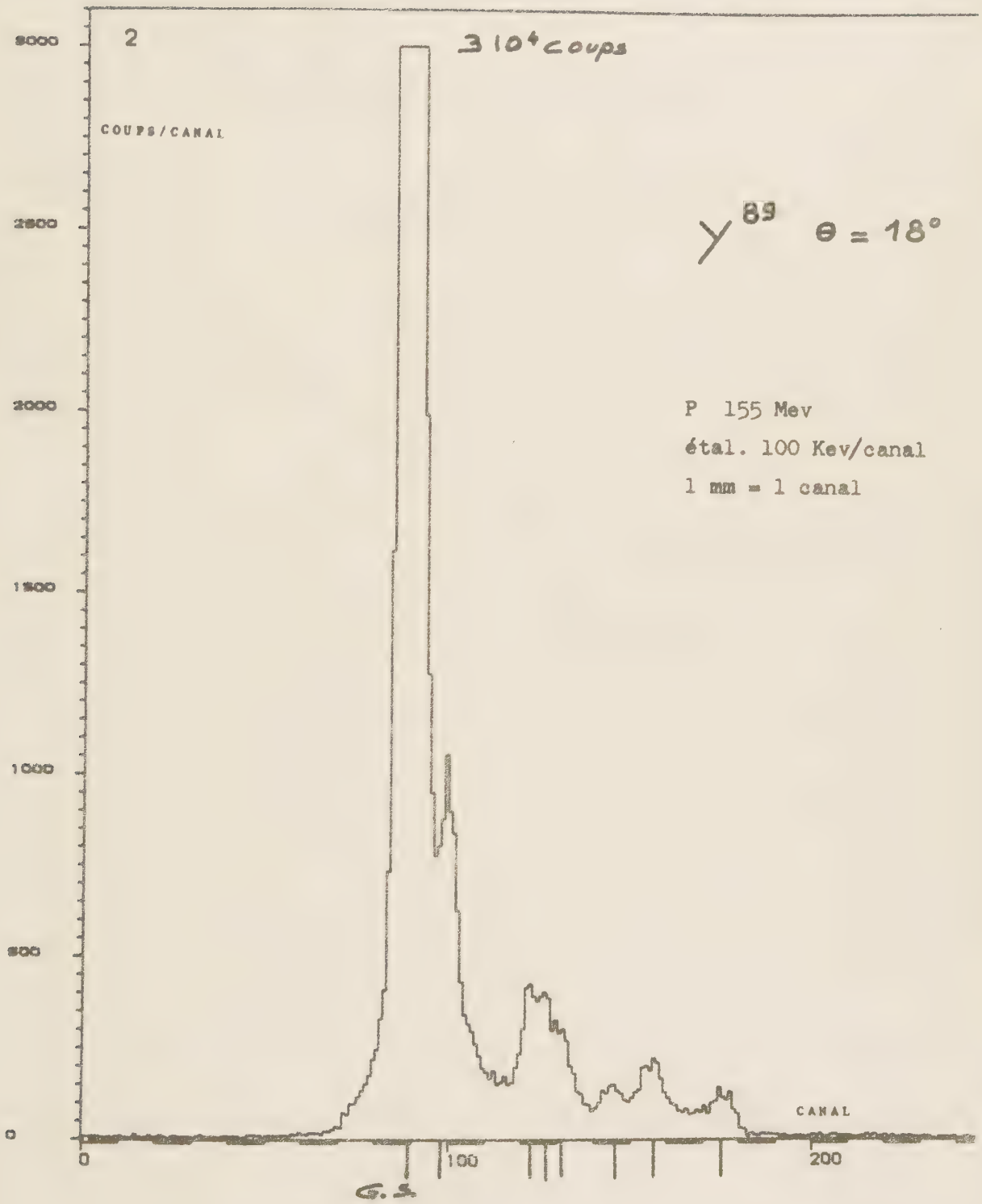

2
3 10⁴ coups
COUPS/CANAL
3000
2500
2000
1500
1000
500
0
Y 89 θ = 18°
P 155 Mev
étal. 100 Kev/canal
1 mm = 1 canal
CANAL
0
100
200
G. S.

FIG. 52

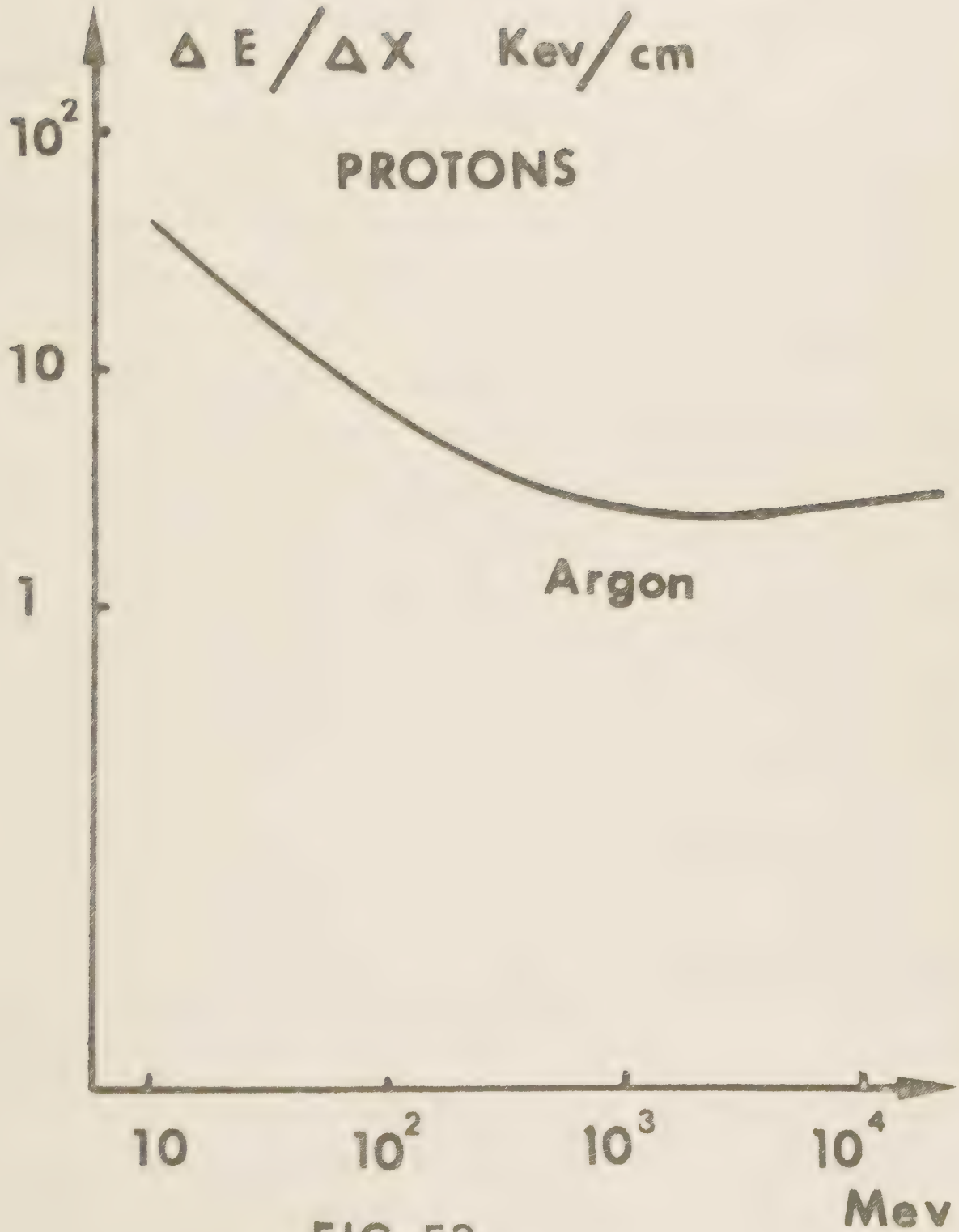


FIG. 53

Cette dernière expérience a été réalisée en vue de la détection du spectromètre associé au cyclotron de Grenoble.

En conclusion, nous pouvons donc espérer associer à ce spectromètre un système de détection assez simple et cependant très performant.

Appendice.

Des travaux sont en cours auprès de spectromètres à aimants permanents dans notre laboratoire pour la localisation d'électrons de basse énergie (I00 kev). Le système de détection utilisé jusqu'à présent était des films exigeant des temps d'exposition très longs(voir chapitre 3 page 38).

Ce spectromètre a un champde 70 Gauss et l'expérience a porté sur l'analyse en énergie d'une source d'Europium.

Les difficultés que nous avons rencontrées sont essensiellement dûes à la diffusion des électrons dans la fenêtre d'entrée du détecteur.

Nous avons dûs, le détecteur travaillant dans le vide, abaisser considérablement la pression de fonctionnement,(ce qui accentue le risque de claquage; Loi de Pashen), pour utiliser des fenêtres aussi minces que possible. Le compteur en acier inoxydable a une longueur L de I0 mm , une profondeur p de 3 mm et une hauteur h de 8 mm. Sa résolution spatiale mesurée avec des rayons X est de 0,I6 mm.

Le spectre de la figure 54 montre que nous avons obtenu une résolution en énergie de 900 ev.

Ce travail n'étant présentement pas complètement terminé, nous espérons une amélioration de cette résolution.

Remarque.

L'utilisation d'un spectromètre plus dispersif améliorerait cette résolution. Un spectromètre à champ variable serait très bien adapté à ce type d'expérience. Rappelons que le système que nous proposons permettrait l'analyse d'éléments de très courte période, étant donné les faibles durées d'exposition par rapport au film.

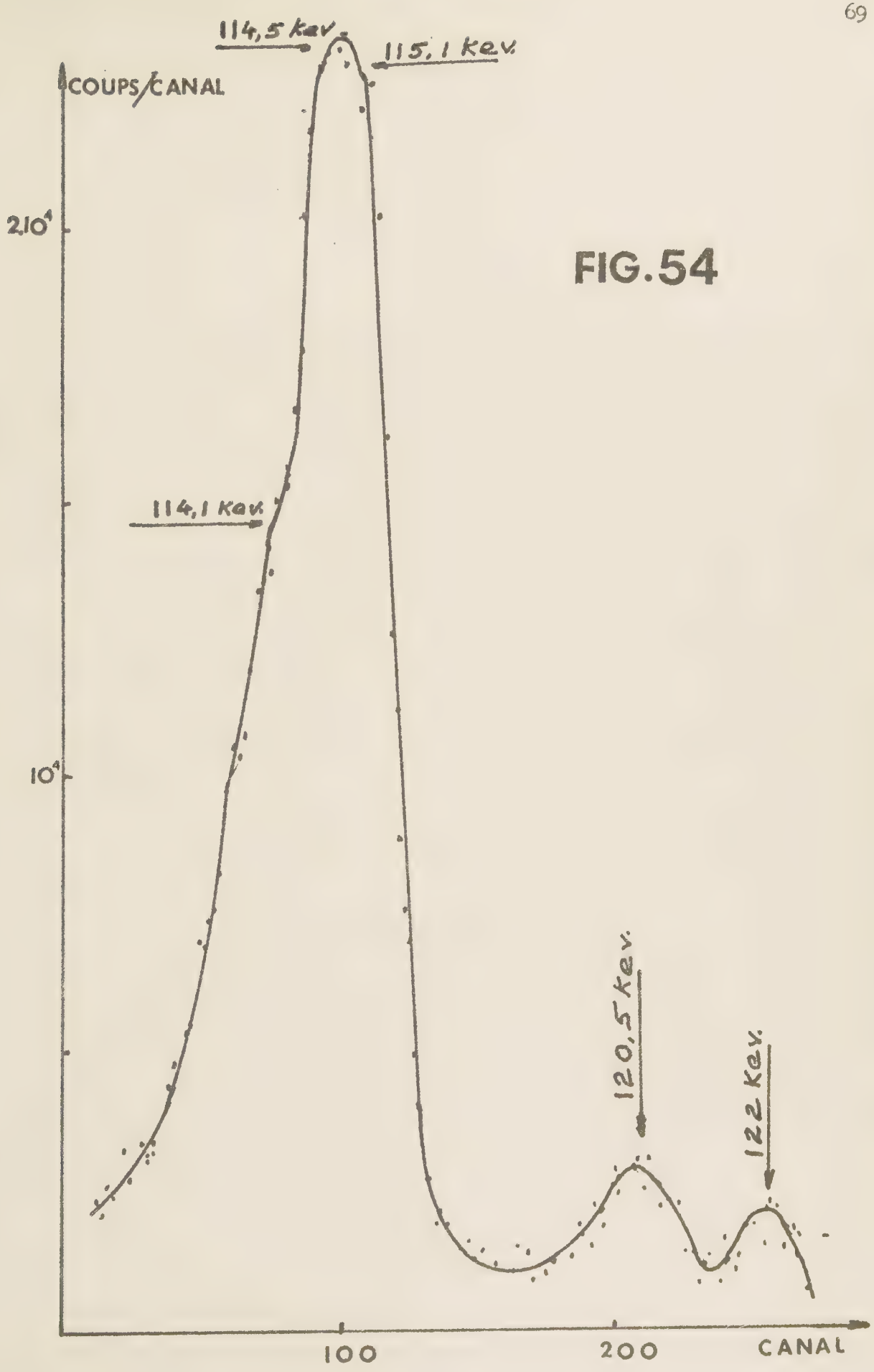

114,5 kev.
115,1 kev.
COUPS/CANAL
2.10⁴
10⁴
114,1 kev.
120,5 kev.
122 kev.
100
200
CANAL

FIG.54

C O N C L U S I O N

Partant d'un principe déjà connu (I) notre travail a consisté à la mise au point d'un système de localisation spatiale de particules, assez simple. Nous avons démontré que ce système est extrèmement versatile, et peut dans de nombreux cas remplacer des appareillages plus lourds et plus onéreux. Surtout son utilisation dans le domaine des rayons X permet d'effectuer des expériences jusqu'à ce jour impossible avec les films (cinétique).

Nous pensons qu'il reste encore des efforts à faire, notamment dans l'étude d'un mélange gazeux minimisant la largeur de l'avalanche au niveau du fil (chapitre I page 2). Cette étude ne peut être conduite que par des essais systématiques, assez nombreux, car peu de travaux ont portés sur cette question.

Pour terminer rappelons ses caractéristiques les plus interessantes :

I°) Facilité de réalisation et de réglage.

2°) Il présente la meilleure résolution spatiale (0,2 mm) offerte par les systèmes électroniques connus (par moi) jusqu'à ce jour.

3°) Sa résolution en énergie de I5 à 20 % peut lui permettre de donner dans le même temps la position de la particule incidente ainsi que sa perte d'énergie dans le détecteur.

REFERENCES

(1) C.J. BORKOWSKI and K. COOP, Rev. Sci. Inst., 39, 1515, (1968)

(2) Z. DIMCOVSKI, Thèse 3° cycle, Grenoble, (1970)

(3) Z. DIMCOVSKI, Thèse 3° cycle, Grenoble, (1970)

(4) J.J. SAMUELI, J. PIGNERET, A. SARAZIN, "Instrumentation Electronique en Physique Nucléaire", (Paris, Masson et Cie, 1969)

(5) J.J. SAMUELI, J. PIGNERET, A. SARAZIN, "Instrumentation Electronique en Physique Nucléaire", (Paris, Masson et Cie, 1969)

(6) U.W. ARNDT, Act. Cryst., B24, 1355, (1968)

(7) M. CHABRE, A. CAVAGGIONI, "Light induced changes of ionic flux in the retinal rod. An X ray diffraction study", (Nature, sous presse)

(8) Mme LEVELUT, Laboratoire de Physique du Solide, Faculté des Sciences d'Orsay

(9) Y. DUPONT, Max-Planck Institut, Heidelberg, (R.F.A.)

(10) B. JACROT, La Recherche, 3, 325, (1972)

(11) J. JACOBE, P. CONVERT, Note interne,(1971), Institut Laue-Langevin, Grenoble

(12) E. SEGRE, "Nuclei and Particles", (New York, W.A. Benjamin, Inc., 1964)

(13) O. BLUNCK et S. LEISENGANG, Z. Phys. 128, 500 (1950)

(14) H. BRAID, S.A. ZAWADSKI, Bull. Am. Phys. Soc., 17, 120, (1972)

Dernière page d'une thèse

VU

Grenoble, le 11 Mai 1973

Le Président de la thèse

VU, et permis d'imprimer,

Grenoble, le

Le Président de l'Université
Scientifique et Médicale